



# Application de méthodes optiques couplées à l'étude d'écoulements de fluides biréfringents

Florence Gibouin

## ► To cite this version:

Florence Gibouin. Application de méthodes optiques couplées à l'étude d'écoulements de fluides biréfringents. Mécanique des fluides [physics.class-ph]. Université de Poitiers, 2015. Français. NNT : . tel-01281739

**HAL Id: tel-01281739**

**<https://theses.hal.science/tel-01281739>**

Submitted on 2 Mar 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THESE

pour l'obtention du Grade de  
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE POITIERS  
(Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées)  
(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale : Sciences et Ingénierie en Matériaux,  
Mécanique, Energétique et Aéronautique (SI-MMEA)

Secteur de Recherche : Mécanique des Fluides

Présentée par :

**Florence GIBOUIN**

\*\*\*\*\*

APPLICATION DE MÉTHODES OPTIQUES COUPLÉES À L'ÉTUDE  
D'ÉCOULEMENTS DE FLUIDES BIRÉFRINGENTS

\*\*\*\*\*

Directeur de Thèse : Serge HUBERSON

\*\*\*\*\*

Soutenue le 03 septembre 2015

devant la Commission d'Examen

\*\*\*\*\*

## JURY

M. Guillaume OVARLEZ	Président
M. René ROTINAT	Examinateur
M. Ahmed ALLAL	Rapporteur
M. Jean-Christophe BAUDEZ	Rapporteur
M. Serge HUBERSON	Directeur de thèse
M. Valéry VALLE	Co-directeur de thèse
M. Sébastien JARNY	Co-encadrant de thèse
M. Jean-Christophe DUPRE	Co-encadrant de thèse



**Résumé** : L'utilisation de fluides au comportement rhéologique complexe (seuil d'écoulement, thixotropie) est de plus en plus courante dans notre quotidien. Une description globale du comportement n'est pas suffisante et c'est pourquoi ce travail se focalise sur la détermination locale des propriétés de ces matériaux complexes. Pour cela, nous nous appuyons sur des méthodes optiques pour obtenir des informations sur la contrainte et la vitesse de cisaillement. Nous avons choisi d'opter pour la PIV (Particle Image Velocimetry) pour l'obtention du gradient de vitesses et la photoélasticimétrie pour la mesure de contrainte. L'emploi de ces deux techniques de mesure oblige que les fluides étudiés soient transparents et biréfringents. Nous étudions alors une solution de Milling Yellow (fluide au comportement rhéologique simple) pour valider nos techniques de mesure et des suspensions de Laponite qui sont des fluides à seuil et thixotropes. La première étape de ce travail consiste à avoir une idée générale du comportement rhéologique des fluides d'où leur caractérisation à l'aide d'un rhéomètre. Ensuite, dans une géométrie où la répartition de contrainte est connue (géométrie à cylindres coaxiaux), nous déterminons les lois rhéo-optiques nous permettant de relier la contrainte dans le matériau à sa réponse optique. Enfin, dans une géométrie plan-plan, nous couplons les deux techniques de mesure optiques (PIV et photoélasticimétrie) afin de reconstruire un rhéogramme local des différents fluides étudiés pouvant être comparé à celui issu de mesures classiques de rhéométrie.

**Mots-clés** : Mesures optiques couplées, photoélasticimétrie, PIV, rhéologie, Laponite, Milling Yellow.

**Title** : Application of coupled optical measurements for the study of the birefringent fluid flows.

**Abstract** : The use of fluids with a complex rheological behavior (yield stress, thixotropy) is becoming more common in our daily lives. However, a global description of this behavior is not satisfactory even if it is quickly and easily accessible. The aim of this work is to advance in the understanding of complex behaviors at a local scale. Optical methods are the best way to do that. In our case, we need to get information about the shear stress and the shear rate. So we need a measurement technique for each of these variables. A PIV (Particle Image Velocimetry) technique is used to obtain the shear rate and the shear stress is determined by photoelasticimetry. The use of these two techniques requires that the studied fluids are transparent and birefringent. Then, our measurement techniques are validated using a Milling Yellow solution (a simple rheological fluid) before studying Laponite suspensions which are thixotropic yield stress fluids. Firstly, a rheometer is used to have a general idea of the rheological behavior of our fluids. Secondly, in a geometry where the shear stress distribution is known (a coaxial cylinders geometry), rheo-optical laws connecting the shear stress within the material to its optical response are determined. Finally, in a plate-plate geometry, the two optical measurement techniques (PIV and photoelasticimetry) are coupled to reconstruct a local rheogram for the studied fluids that can be compared to the one obtained from conventional rheometric measurements.

**Keywords** : Coupled optical measurements, photoelasticimetry, PIV, rheology, Laponite suspensions, Milling Yellow solutions.





# Remerciements

Ce manuscrit est le résultat de quatre années de recherche au sein de l'Institut PPRIME à Poitiers. Je remercie donc dans un premier temps les membres du département D2 de cet institut et plus particulièrement ceux de l'axe HyDEE pour m'avoir accueillie. Je remercie également les membres de l'axe PEM du département D3, ainsi que la région Poitou-Charentes pour avoir financé cette thèse.

Ensuite, je tiens à remercier les membres du jury : Mr. Guillaume OVARLEZ (Président du jury), Mr. René ROTINAT (Examineur), Mr. Ahmed ALLAL et Mr. Jean-Christophe BAUDEZ (Rapporteurs) pour avoir accepté de juger ce travail.

Un grand merci à mes encadrants, Mr. Serge HUBERSON, Mr. Valéry VALLE, Mr. Sébastien JARNY et Mr. Jean-Christophe DUPRE. Merci de m'avoir "repêchée par les oreilles" lors de l'audition pour cette thèse et de m'avoir fait confiance pour faire avancer ce travail.

De votre côté, Valéry et Jean-Christophe, vous avez fait preuve de disponibilité et de pédagogie. Vous m'avez apporté vos connaissances en photoélasticimétrie puis votre aide lors des expériences et par la suite pour le traitement des données.

Je tiens à remercier spécialement Sébastien pour sa gentillesse, sa patience, sa confiance, son aide, ses explications et ses conseils. Tu as pris le temps de m'accompagner à presque tous mes congrès, ton soutien m'a permis de prendre confiance en moi lors de mes différentes présentations.

Bien qu'il ne souhaitait pas être remercié publiquement lors de la soutenance (merci à Sébastien de l'avoir quand même fait), je tiens vraiment à remercier Mr. Philippe MONNET pour son implication dans ce travail. En plus de ces innombrables conseils scientifiques et des réflexions qu'on a pu avoir ensemble, il a su me donner de très bons conseils à chaque fois que je devais prendre la parole en public mais aussi pour l'après-thèse.

Il ne faut pas oublier tout le personnel administratif et technique de l'institut sans qui mener à bien ce travail aurait été une tâche beaucoup plus ardue. Je pense notamment à Mme Catherine ECALÉ pour la partie administrative et les bons moments passés à la cafétéria pendant nos séances "mots-croisés" (peut-être qu'un jour j'arriverai à finir une grille toute seule!?). Je pense aussi aux informaticiens, Mr. Francis BOISSONNEAU et Mr. Pierre-François LAPLACETA.

Une thèse expérimentale ne serait rien sans un bon matériel et pour cela je remercie tout le personnel de l'atelier (Mr. Christian REFIN et Mr. Richard TESSIER en particulier pour les nombreuses fois où je suis allée les déranger) ainsi que Mr. Patrick BRAUD et Mr. Romain

BELLANGER pour la mesure. En effet, ils ont été présents pour réaliser les montages, les mesures et pour me former à l'utilisation des lasers. Merci Romain pour les nombreuses heures passées pour des réglages toujours plus précis qui m'ont permis d'obtenir de magnifiques clichés.

Pendant ces trois dernières années, j'ai également eu la chance de pouvoir enseigner que ce soit à l'ENSIP pendant deux ans en tant que DCACE ou à l'ENSMA en tant qu'ATER. Je remercie les équipes pédagogiques de m'avoir accueillie, en particulier Mme Véronique FORTUNE, Mr. Malick BA, Mr. Jacques BOREE, Mr. Marcello MELDI, Mr. Christophe SICOT et Mr. Andreas SPOHN pour leur disponibilité et leur aide dans mes premiers pas de l'autre côté de la barrière.

Je veux aussi remercier tous les autres thésards du H2 en commençant par les filles (si peu nombreuses!) : Patricia, Asmaa (ma première collègue de bureau), Souria et Zaynab (ma seconde collègue de bureau), puis Romain, Baddredine, Jean-Charles, Antoine, Rémi, Laurent, Guillaume, Sylvain, Adrien, Riadh, Clément, Paul, Stanley, Arthur, Clément, Emmanuel, Aurélien et Thomas. Merci pour tous les bons moments passés en votre compagnie, merci d'avoir partagé avec moi mes plus belles figures issues des traitements ratés ou pas (comme le joli papillon ou le trident propulsé qui ne sont que deux exemples parmi tant d'autres).

Pour finir, je voudrais remercier ma famille pour m'avoir soutenue jusque-là et pour être venue assister à ma soutenance. Une attention particulière à ma mère qui en plus a eu le privilège et l'honneur (ou pas?) de lire et relire encore ce manuscrit.

# Table des matières

<b>Introduction générale</b>	<b>11</b>
<b>I État des connaissances</b>	<b>15</b>
I.1 La rhéométrie . . . . .	17
I.1.1 Les définitions générales . . . . .	17
I.1.1.1 Le tenseur des contraintes . . . . .	17
I.1.1.2 Le tenseur des taux de déformation . . . . .	18
I.1.1.3 Les lois de comportements . . . . .	18
I.1.1.4 Les fluides newtoniens . . . . .	19
I.1.1.5 Les fluides non-newtoniens . . . . .	19
I.1.1.6 La thixotropie . . . . .	22
I.1.2 Les méthodes classiques de mesures rhéologiques . . . . .	25
I.1.2.1 La géométrie à cylindres coaxiaux . . . . .	25
I.1.2.2 La géométrie plan-plan . . . . .	30
I.1.3 Les méthodes locales . . . . .	32
I.1.3.1 Les techniques de diffusion . . . . .	32
I.1.3.2 Les techniques de vélocimétrie ultrasonore . . . . .	34
I.1.3.3 Les techniques de résonance magnétique . . . . .	34
I.1.4 Bilan . . . . .	36
I.2 La photoélasticimétrie . . . . .	37
I.2.1 Le principe de la technique . . . . .	37
I.2.1.1 Rappels sur la lumière . . . . .	37
I.2.1.2 La propriété de biréfringence . . . . .	38
I.2.1.3 La théorie de base de la photoélasticité . . . . .	39
I.2.2 L'utilisation des propriétés de biréfringence pour l'étude des fluides . . . .	41
I.3 La vélocimétrie par images de particules . . . . .	45
I.3.1 Le principe de la technique . . . . .	45
I.3.2 L'application à des fluides non-newtoniens . . . . .	47
I.4 Conclusion . . . . .	51

<b>II Les matériaux</b>	<b>53</b>
II.1 Les solutions de Milling Yellow . . . . .	55
II.1.1 Les connaissances et propriétés des solutions de Milling Yellow . . . . .	55
II.1.2 La préparation des solutions de Milling Yellow . . . . .	58
II.1.3 La caractérisation rhéométrique des solutions . . . . .	59
II.1.3.1 Les solutions pures . . . . .	59
II.1.3.2 Les solutions avec un ajout de glucose aqueux . . . . .	61
II.1.4 Conclusion . . . . .	63
II.2 Les suspensions de Laponite . . . . .	63
II.2.1 Les connaissances sur les suspensions de Laponite . . . . .	63
II.2.2 La préparation des suspensions . . . . .	68
II.2.3 La caractérisation rhéométrique des suspensions . . . . .	69
II.2.3.1 Le protocole de mesure . . . . .	69
II.2.3.2 La mesure de la viscosité apparente . . . . .	70
II.2.3.3 La mesure du seuil d'écoulement apparent . . . . .	72
II.2.3.4 La mesure de la thixotropie des suspensions de Laponite . . . . .	74
II.2.3.5 La détermination des lois de comportement dans un état d'équilibre . . . . .	77
II.2.4 Conclusion . . . . .	78
<b>III Les méthodes optiques expérimentales</b>	<b>81</b>
III.1 Les dispositifs expérimentaux . . . . .	83
III.1.1 La détermination des lois rhéo-optiques . . . . .	83
III.1.2 Les mesures dans la grande cellule de cisaillement . . . . .	84
III.2 La photoélasticimétrie . . . . .	86
III.2.1 Le calcul du facteur de grandissement . . . . .	86
III.2.2 L'analyse d'images de photoélasticimétrie . . . . .	89
III.2.2.1 Le cas d'un fluide très biréfringent . . . . .	89
III.2.2.2 Le cas d'un fluide peu biréfringent . . . . .	91
III.3 La vélocimétrie par images de particules . . . . .	94
III.3.1 La calibration . . . . .	94
III.3.2 Les acquisitions de PIV . . . . .	95
III.3.3 Le traitement des données de PIV . . . . .	96
III.3.4 Les tests et vérifications . . . . .	98
III.4 Conclusion . . . . .	104
<b>IV Les lois rhéo-optiques</b>	<b>107</b>
IV.1 Les solutions de Milling Yellow . . . . .	109
IV.1.1 L'influence de la concentration . . . . .	109
IV.1.2 Les mesures à différents rayons . . . . .	110

IV.1.3	La loi rhéo-optique de la solution P2 . . . . .	111
IV.2	Les suspensions de Laponite . . . . .	112
IV.2.1	Les essais de référence . . . . .	112
IV.2.2	L'interprétation dans la zone solide . . . . .	113
IV.2.3	L'interprétation dans la zone fluide . . . . .	117
IV.3	Conclusion . . . . .	119
<b>V</b>	<b>Les mesures couplées entre deux plans parallèles</b>	<b>121</b>
V.1	L'étude préliminaire . . . . .	123
V.1.1	Les mesures de vitesse . . . . .	123
V.1.2	L'évolution du gradient de vitesses dans l'entrefer . . . . .	125
V.1.3	Conclusion partielle . . . . .	127
V.2	La solution pure de Milling Yellow . . . . .	127
V.2.1	Les mesures de vitesse . . . . .	127
V.2.2	Les mesures de densité de franges . . . . .	130
V.2.3	La construction d'un rhéogramme local . . . . .	132
V.2.4	Conclusion partielle . . . . .	134
V.3	Les suspensions de Laponite . . . . .	134
V.3.1	Le protocole de mesure . . . . .	134
V.3.2	Les mesures de vitesse . . . . .	135
V.3.3	Les mesures de densité de franges . . . . .	138
V.3.4	La construction d'un rhéogramme local . . . . .	141
V.4	Conclusion . . . . .	145
	<b>Conclusion générale</b>	<b>147</b>
	<b>Annexes</b>	<b>151</b>
A.1	Notations et symboles . . . . .	153
A.2	Expression du gradient de vitesses dans une géométrie plan-plan . . . . .	157
A.3	Préparations des suspensions de Laponite . . . . .	159
A.4	Facteurs de grandissement pour la calibration de la PIV dans la grande cellule de cisaillement . . . . .	161
A.5	Valeurs des délais laser pour les mesures de PIV dans la grande cellule de cisaillement . . . . .	163
A.6	Schémas pour le calcul du gradient de vitesses en géométrie plan-plan . . . . .	165



# Introduction générale

La rencontre de fluides au comportement rhéologique complexe (seuil d'écoulement, viscoélasticité, thixotropie...) est de plus en plus courante dans les domaines environnementaux (les vases, les argiles...), industriels (les ciments, les peintures...) ou agroalimentaires (les yaourts, la mayonnaise...). Les procédés pour le traitement ou la production de tels matériaux nécessitent une bonne compréhension de leur comportement. Ceci passe d'abord par une étude globale de leur comportement mécanique au moyen de rhéomètres qui moyennent des résultats sur des volumes fluides de dimensions importantes devant les échelles structurales des matériaux étudiés. Le problème que posent ces études est qu'elles ne permettent pas de décrire parfaitement les comportements complexes. En effet, réaliser des mesures de rhéométrie "classiques" nécessite de faire des hypothèses simplificatrices en considérant que l'entrefer de mesure est entièrement cisailé avec un cisaillement constant. Or, ceci est loin d'être le cas pour des fluides non-newtoniens dont la viscosité évolue sous cisaillement et pour des fluides viscoplastiques pour lesquels il peut y avoir coexistence d'une zone solide et d'une zone liquide dans l'entrefer de mesure.

L'idée est donc de s'affranchir de ces hypothèses faites dans les rhéomètres. Pour cela, de nouvelles techniques doivent être trouvées. Ces techniques sont basées sur les avancées en nouvelles technologies et permettent de déterminer des déformations ou des contraintes à une échelle locale. L'accès à ces informations permet alors de comprendre le comportement de différents fluides sans faire d'hypothèse trop restrictive. Le but de ce travail est d'appliquer des techniques de mesures classiques en mécanique des fluides et en photomécanique (PIV et photoélasticimétrie) pour obtenir des champs de vitesses et de contraintes à une échelle locale au sein d'écoulements de fluides rhéofluidifiants et de fluides viscoplastiques. Pour ce faire, nous avons découpé ce manuscrit en cinq chapitres : un état des connaissances, la description des matériaux étudiés, la présentation des dispositifs expérimentaux et des méthodes optiques utilisées, les résultats des mesures optiques de contrainte et enfin, les résultats des mesures couplées de vitesses et de contraintes locales.

Dans le premier chapitre de ce manuscrit, nous réalisons un état de l'art. Nous commençons par la rhéométrie en définissant les notions générales. Nous présentons alors quelques propriétés de fluides non-newtoniens et nous nous intéressons plus particulièrement à la thixotropie, propriété caractéristique des fluides que nous souhaitons étudier (les suspensions de Laponite). Ensuite, nous explicitons les différentes caractéristiques des géométries utilisées au cours de cette thèse : la géométrie à cylindres coaxiaux et la géométrie plan-plan. Enfin, un petit tour d'horizon des études menées grâce à des méthodes locales est fait. Dans une seconde partie de ce chapitre, nous nous focalisons sur la photoélasticimétrie. Nous commençons par la présentation du principe général de cette technique de mesure. Elle est employée en mécanique du solide pour déterminer



des champs de contraintes. Cependant, elle est de moins en moins utilisée au profit des codes de calcul. Elle reste néanmoins nécessaire pour valider ces codes (conditions aux limites et lois de comportement). Toutefois, elle est aussi utilisée en mécanique des fluides pour la caractérisation de l'écoulement de certains fluides particuliers. Ce sont quelques une de ces études que nous reportons dans ce chapitre. Enfin, la dernière partie est consacrée à la PIV (Particle Image Velocimetry). Nous présentons tout d'abord le principe de cette technique de mesure de vitesse. Puis, quelques études menées sur des écoulements de fluides non-newtoniens sont présentées. A la fin de ce chapitre, deux études couplant la PIV et la photoélasticimétrie sur la compréhension d'un écoulement de fluide non-newtonien sont mises en avant.

Le deuxième chapitre est consacré aux fluides que nous allons étudier, des solutions de Milling Yellow puis des suspensions de Laponite. Nous commençons ce chapitre par un état des connaissances sur les solutions de Milling Yellow qui sont des colorants utilisés dans l'industrie textile et qui sont fortement biréfringentes en écoulement. Puis nous détaillons le mode de préparation des différentes solutions que nous avons pu étudier. Enfin, une étude rhéologique est menée pour déterminer les propriétés de nos solutions : la loi de comportement et la viscosité apparente en fonction de la concentration en Milling Yellow des solutions mais aussi en fonction de la concentration en glucose. La deuxième partie de ce chapitre est dédiée aux suspensions de Laponite qui sont des argiles de synthèse transparentes. Ces suspensions sont largement étudiées par la communauté des rhéologues et nous présentons ici les principaux résultats permettant de comprendre leur comportement. Ensuite, nous détaillons le mode de préparation des suspensions. Pour finir, toutes les suspensions préparées sont caractérisées d'un point de vue rhéologique, c'est-à-dire que nous cherchons à déterminer leur viscosité apparente, leur contrainte seuil, ainsi que les différents paramètres qui peuvent intervenir dans leur loi de comportement.

Nous en venons ensuite aux dispositifs expérimentaux et aux méthodes utilisées dans ce travail qui sont décrits dans le troisième chapitre. Nos deux dispositifs expérimentaux sont détaillés. Tout d'abord, celui qui concerne uniquement les mesures permettant de relier les propriétés optiques des fluides à leurs propriétés mécaniques (par l'intermédiaire de la détermination de lois rhéo-optiques). Puis, le montage pour les mesures couplées de PIV et de photoélasticimétrie dans une grande cellule de cisaillement est présenté en détail. Dans une seconde partie, nous nous intéressons au traitement des données obtenues par photoélasticimétrie. Nous déterminons ainsi une valeur locale de la contrainte issue du défilement d'un réseau de franges d'interférences. Dans une troisième partie, le traitement des données de PIV est présenté étape par étape de l'acquisition des images jusqu'à l'obtention des champs de vitesses. Pour terminer, nous détaillons le calcul du gradient de vitesses que nous souhaitons obtenir à partir des vitesses dans la grande cellule de cisaillement.

Le quatrième chapitre de ce manuscrit est consacré aux résultats obtenus par photoélasticimétrie dans une géométrie à cylindres coaxiaux. Ces mesures nous servent à déterminer les lois rhéo-optiques des fluides que nous avons étudiés. Nous présentons dans un premier temps les résultats pour les solutions de Milling Yellow à différentes concentrations. Ensuite, nous nous consacrons aux suspensions de Laponite. Nous étudions d'abord la réponse de ces suspensions lorsqu'elles sont prises en bloc avant de nous intéresser à leur réponse en écoulement. Le but de ce chapitre est d'obtenir des lois rhéo-optiques qui pourront être utilisées dans le dernier chapitre.

Le dernier chapitre est dédié aux résultats des mesures couplées dans la grande cellule de cisaillement. Nous présentons, dans un premier temps, une étude préliminaire menée dans cette

cellule avec un fluide newtonien (une huile de silicone) pour lequel seules des mesures de vitesses sont réalisées. Dans un second temps, les mesures de PIV pour une solution de Milling Yellow sont présentées. Les mesures de photoélasticimétrie pour ce même fluide sont aussi détaillées. Enfin, les deux mesures sont regroupées pour permettre le tracé d'un rhéogramme local pour cette solution de Milling Yellow. Le même principe est suivi pour les suspensions de Laponite. Nous commençons par discuter des résultats des mesures de vitesses par PIV, puis des mesures de photoélasticimétrie. Là encore des rhéogrammes locaux sont tracés pour les suspensions étudiées et comparés aux rhéogrammes issus de méthodes classiques de rhéométrie.

La fin de ce manuscrit est consacrée aux conclusions de toutes les mesures qui ont pu être effectuées et ce qu'elles ont pu nous apporter sur la compréhension du comportement des suspensions de Laponite. Enfin, des perspectives de développements ultérieurs sont avancées.



# Chapitre I

## État des connaissances

Ce premier chapitre est dédié à l'état des connaissances relatives aux techniques expérimentales utilisées au cours de cette thèse. Pour cela, nous découpons ce chapitre en trois parties, chacune correspondant à une technique de mesure.

Dans un premier temps, nous nous intéressons à la rhéométrie en faisant un rappel sur les lois de comportement usuelles des fluides, puis nous présentons des méthodes permettant d'établir ces lois de comportement (méthodes classiques et méthodes locales). Dans un second temps, nous abordons la photoélasticimétrie qui est une technique couramment utilisée en mécanique des solides. Nous commençons par rappeler le principe de cette technique, puis l'usage qui en est fait en mécanique des fluides. Enfin, dans une troisième partie, nous nous focalisons sur la vélocimétrie par images de particules (PIV). Comme pour la deuxième partie, nous rappelons le principe de cette technique de mesure de vitesses puis son application aux écoulements de fluides non-newtoniens.



## I.1 La rhéométrie

Il existe de nos jours un bon nombre de fluides utilisés quotidiennement qui ont un comportement rhéologique complexe. C'est le cas notamment des encres, des peintures, des ciments, des produits cosmétiques (crèmes, dentifrices, gels douche ...) ou encore des produits agroalimentaires (mayonnaise, yaourts ...). L'utilisation, dans de bonnes conditions, de ces matériaux nécessite une compréhension de leur comportement mécanique. C'est dans ce but que des méthodes de rhéométrie ont été développées. Elles peuvent être classées en deux catégories :

- les méthodes globales,
- les méthodes locales.

Les méthodes globales ("classiques") étudient l'écoulement du fluide dans une géométrie bien définie. Cette étude permet de déterminer les lois de comportement des fluides et donc certaines propriétés intrinsèques du matériau comme sa viscosité apparente ou pour certains fluides, sa contrainte seuil (contrainte en dessous de laquelle le fluide ne s'écoule pas). L'inconvénient de ces méthodes est qu'elles nécessitent de faire des hypothèses simplificatrices (entrefer entièrement cisailé, cisaillement constant, glissement nul au niveau des parois). Par conséquent, les grandeurs obtenues (contrainte de cisaillement et gradient de vitesses) sont moyennées dans un entrefer. Afin de s'affranchir de ces hypothèses simplificatrices, depuis quelques années, des méthodes locales sont développées basées sur l'émergence des nouvelles technologies comme les lasers ou les IRM (Imageur à Résonance Magnétique).

Dans cette partie consacrée à la rhéométrie, nous rappelons tout d'abord quelques définitions générales ainsi que les différentes typologies de fluides qui peuvent exister et les lois de comportement qui leurs sont associées. Ensuite, nous détaillons deux méthodes globales de mesure, une utilisant une géométrie à cylindres coaxiaux et l'autre une géométrie plan-plan. Enfin, nous faisons un petit tour d'horizon des mesures qui ont pu être réalisées avec des méthodes locales.

### I.1.1 Les définitions générales

Nous commençons par définir les notions générales de rhéologie qui sont utiles à la compréhension de ce manuscrit. Dans un second temps, nous définissons les différents types de comportements qu'il est possible de rencontrer (newtonien, rhéofluidifiant, viscoplastique ou encore thixotropie).

Toutes les lois de comportement qui peuvent être définies sont basées sur le principe qu'il existe une relation fonctionnelle entre le tenseur des contraintes et le tenseur des taux de déformation [43, 40, 26, 8, 95, 6].

#### I.1.1.1 Le tenseur des contraintes

Le tenseur total des contraintes  $\underline{\underline{\Sigma}}$  est composé de deux parties : une pour la pression au sein du fluide (pression hydrostatique) qui n'intervient pas dans la déformation du fluide, et une deuxième partie qui est le déviateur des contraintes. Cette seconde partie est liée aux contraintes qui tendent à déformer le fluide. On a alors :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = -p\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{T}} \quad (\text{I.1})$$

où  $p$  est la pression hydrostatique,  $\underline{\underline{I}}$  est le tenseur identité et  $\underline{\underline{T}}$  le déviateur des contraintes. Étant donné la forme trop générale de ce tenseur des contraintes ( $\underline{\underline{\Sigma}}$ ), en pratique, pour déterminer les lois de comportement, nous nous plaçons dans le cas du cisaillement simple. De plus, la pression hydrostatique ne participant pas à la déformation du fluide, on exprime le déviateur des contraintes de la manière suivante :

$$\underline{\underline{T}} = \begin{pmatrix} \tau_{xx} & \tau_{xy} & 0 \\ \tau_{xy} & \tau_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \tau_{zz} \end{pmatrix} \quad (\text{I.2})$$

On voit alors apparaître la contrainte de cisaillement ( $\tau_{xy}$ ) qui est tout simplement notée  $\tau$  et les deux différences de contraintes normales :  $N_1 = \sigma_1 - \sigma_2 = \tau_{xx} - \tau_{yy}$  (première différence de contraintes normales) et  $N_2 = \sigma_2 - \sigma_3 = \tau_{yy} - \tau_{zz}$  (seconde différence de contraintes normales) avec  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  les contraintes normales.

### I.1.1.2 Le tenseur des taux de déformation

Le tenseur des taux de déformation  $\underline{\underline{D}}$  est défini comme étant la partie symétrique du tenseur gradient de vitesses. On a alors :

$$\underline{\underline{D}} = \frac{1}{2} (\underline{\underline{grad}} \vec{V} + \underline{\underline{grad}}^T \vec{V}) \quad (\text{I.3})$$

Dans le cas du cisaillement simple, ce tenseur s'exprime par :

$$\underline{\underline{D}} = \frac{\dot{\gamma}}{2} \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{I.4})$$

On fait alors apparaître la vitesse de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ) qui est plus souvent appelée gradient de vitesses. Son expression que nous utilisons par la suite est la suivante :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{2tr(\underline{\underline{D}}^2)} \quad (\text{I.5})$$

### I.1.1.3 Les lois de comportements

Les lois de comportement recherchées relient alors  $\tau$  (contrainte de cisaillement) à  $\dot{\gamma}$  (gradient de vitesses) et sont de la forme :

$$\tau = f(\dot{\gamma}, t) \quad (\text{I.6})$$

Le but est alors de déterminer la fonction  $f$  qui permet de passer du gradient de vitesses à la contrainte de cisaillement. Nous donnons maintenant quelques exemples de ces lois de comportements pour différents types de fluides. On peut pour chaque fluide définir une viscosité

apparente ( $\eta_{app}$ ) comme étant le rapport entre la contrainte de cisaillement et le gradient de vitesses (Équation I.7).

$$\eta_{app} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (\text{I.7})$$

La viscosité correspond à la résistance d'un fluide au glissement d'une couche par rapport à une autre.

#### I.1.1.4 Les fluides newtoniens

Les fluides newtoniens sont les fluides les plus simples que l'on puisse rencontrer. En effet, le rhéogramme de ces fluides est une droite passant par l'origine (Figure I.1).

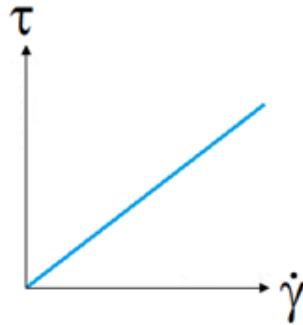


FIGURE I.1 – Rhéogramme d'un fluide newtonien.

Par conséquent, la loi de comportement qui définit ces fluides est donnée par :

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (\text{I.8})$$

où  $\tau$  est la contrainte de cisaillement,  $\dot{\gamma}$  le gradient de vitesses et  $\eta$  la viscosité dynamique du fluide. Dans le cas du fluide newtonien, la viscosité apparente est constante quelle que soit l'intensité du cisaillement et correspond à la viscosité dynamique.

#### I.1.1.5 Les fluides non-newtoniens

Les fluides non-newtoniens regroupent tous les fluides qui n'ont pas un comportement newtonien. Il en existe donc un bon nombre avec des comportements distincts. Nous détaillons ici le cas des fluides rhéofluidifiants ou rhéoépaississants ainsi que le cas des fluides viscoplastiques.

##### I.1.1.5.1 Les fluides rhéofluidifiants ou rhéoépaississants

Les fluides rhéofluidifiants ou rhéoépaississants ont une viscosité qui varie en fonction du cisaillement (Figure I.2). En effet, alors que la viscosité diminue quand l'intensité du cisaillement augmente pour un fluide rhéofluidifiant, elle va augmenter pour un fluide rhéoépaississant soumis aux mêmes conditions.

L'évolution de la contrainte en fonction du gradient de vitesses n'est alors plus donnée par une



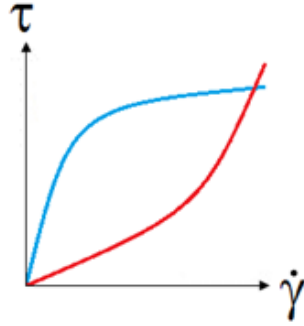


FIGURE I.2 – Rhéogramme d'un fluide rhéofluidifiant (en bleu) et d'un fluide rhéoépaississant (en rouge).

relation linéaire. La loi puissance dite d'Ostwald-de-Waele (Équation I.9) est la plus couramment utilisée pour décrire ce genre de comportement.

$$\tau = K\dot{\gamma}^n \quad (\text{I.9})$$

Cette équation fait apparaître la consistance  $K$  du fluide et un indice de viscosité  $n$ . La viscosité apparente décroît quand le gradient de vitesses augmente pour un fluide rhéofluidifiant ( $n < 1$ ) et elle croît avec le gradient de vitesses pour un fluide rhéoépaississant ( $n > 1$ ).

Remarque : Si  $n$  est égal à 1, alors on retrouve la loi de comportement d'un fluide newtonien (Équation I.8).

Toutefois, cette loi puissance n'est pas le seul modèle qui permette de décrire le comportement d'un fluide rhéofluidifiant (ou rhéoépaississant). En particulier, ce modèle ne gère pas de manière satisfaisante les comportements aux limites des fluides à la viscosité apparente globalement décroissante mais qui présentent des paliers newtoniens sur les plages extrêmes de gradients de vitesses (Figure I.3).

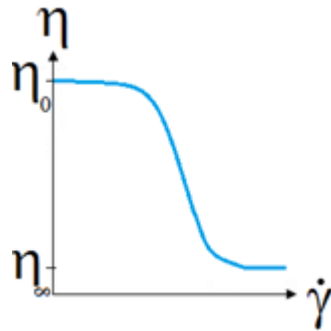


FIGURE I.3 – Évolution de la viscosité en fonction du gradient de vitesses pour un fluide rhéofluidifiant avec zones à comportement newtonien.

Pour décrire ce comportement, nous pouvons citer le modèle d'Ellis (modèle à trois paramètres) :

$$\tau = \frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{1 + (\tau + \tau_{1/2})^{\epsilon-1}} \quad (\text{I.10})$$

où  $\eta_0$  est la viscosité du plateau newtonien aux faibles cisaillements,  $\epsilon$  (qui est supérieur à 1) est un paramètre qui traduit l'écart par rapport au comportement newtonien et  $\tau_{1/2}$  est la contrainte pour laquelle  $\eta = \eta_0/2$ .

Le nombre de paramètres peut être augmenté afin de faire apparaître le second plateau newtonien. Si nous considérons une loi avec quatre paramètres, il y a la loi de Cross (Équation I.11).

$$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{1 + (\beta\dot{\gamma})^n} \quad (\text{I.11})$$

La viscosité  $\eta_0$  correspond au comportement newtonien aux faibles gradients de vitesses et la viscosité  $\eta_\infty$  correspond au comportement newtonien aux hauts gradients de vitesses.  $\beta$  est un temps caractéristique et  $n$  est l'indice de viscosité. Ces deux paramètres servent à décrire le passage entre les deux plateaux newtoniens.

Enfin, nous pouvons aussi citer la loi de Carreau-Yasuda (modèle à cinq paramètres) :

$$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = [1 + (\beta\dot{\gamma})^a]^{\frac{n-1}{a}} \quad (\text{I.12})$$

Le paramètre supplémentaire  $a$  (par rapport à la loi de Cross) est un paramètre sans dimension qui décrit la transition entre le premier plateau newtonien et la zone en loi puissance.

#### I.1.1.5.2 Les fluides viscoplastiques

Les fluides viscoplastiques sont des fluides caractérisés par des déformations finies pour lesquels il faut atteindre une certaine contrainte (contrainte seuil) pour qu'il y ait écoulement (Figure I.4).

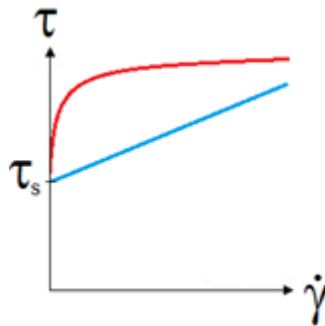


FIGURE I.4 – Rhéogrammes de fluides viscoplastiques, en bleu pour un fluide de Bingham et en rouge pour une fluide d'Herschel-Bulkley.

Remarque : Il existe aussi des fluides pour lesquels la réponse à une déformation présente à la fois une réponse élastique (contrainte proportionnelle à la déformation aux temps courts) et une réponse visqueuse (contrainte proportionnelle à la vitesse de déformation aux temps longs) [2]. Il ne s'agit plus de fluides viscoplastiques mais de fluides viscoélastiques.

Il existe différentes lois pour décrire le comportement des fluides viscoplastiques. Le modèle le plus simple est celui de Bingham (Équation I.13).

$$\begin{cases} \tau = \tau_s + \eta_p \dot{\gamma}, & \tau \geq \tau_s \\ \dot{\gamma} = 0, & \tau < \tau_s \end{cases} \quad (\text{I.13})$$

Dans ces équations,  $\tau_s$  est la contrainte seuil et  $\eta_p$  est la viscosité plastique. Au-delà de la contrainte seuil, le fluide a un comportement newtonien. Toutefois, il existe aussi des fluides qui ont un comportement rhéofluidifiant une fois la contrainte seuil dépassée. Le modèle le plus couramment utilisé dans ce cas est le modèle d'Herschel-Bulkley (Équation I.14).

$$\begin{cases} \tau = \tau_s + K \dot{\gamma}^n, & \tau \geq \tau_s \\ \dot{\gamma} = 0, & \tau < \tau_s \end{cases} \quad (\text{I.14})$$

On retrouve alors une évolution en loi puissance au-delà de la contrainte seuil.

#### **I.1.1.6 La thixotropie**

Dans le cadre de cette thèse, nous nous intéressons tout particulièrement au comportement de suspensions de Laponite. Ces suspensions étant des fluides modèles pour la thixotropie, nous consacrons une partie de ce chapitre à cette propriété.

##### **I.1.1.6.1 La définition de la thixotropie**

Le terme thixotropie vient du grec "thixis" (agitation) et "trepo" (évolution). Il a été utilisé pour la première fois en 1927 [5] par Peterfi pour décrire un changement d'état d'un fluide sous agitation. En effet, le phénomène de thixotropie concerne les matériaux qui sont à l'état de gel quand ils sont au repos et qui deviennent liquides une fois sous agitation. Le comportement thixotrope est un comportement réversible. Une cinquantaine d'années plus tard, dans sa revue, Mewis [54] définit la thixotropie comme un terme servant à décrire les transitions solide-liquide d'un matériau sous agitation.

Du fait qu'il n'y ait pas une définition unique de la thixotropie, le comportement thixotrope et le comportement rhéofluidifiant ont pendant longtemps été confondus. En effet, il est difficile de faire la distinction entre un fluide thixotrope avec un temps de restructuration très court et un fluide rhéofluidifiant dont la viscosité apparente chute rapidement quand le gradient de vitesses augmente. C'est pourquoi Pryce-Jones [77] pensait que la thixotropie correspondait à une augmentation de la viscosité apparente lorsque le fluide était au repos et une chute de celle-ci lorsqu'il est soumis à une contrainte de cisaillement constante.

Pour notre part, nous décidons d'adopter la définition donnée dans le dictionnaire de rhéologie édité par le Groupe Français de Rhéologie [19] : "Un corps est dit thixotrope si après un long temps de repos, la contrainte ou la vitesse de cisaillement étant brusquement appliquée puis maintenue fixe, la viscosité apparente est une fonction décroissante de la durée d'écoulement et le corps retrouvant son état initial après un repos assez long."

Au contraire, il existe certains matériaux qui ont le comportement inverse. En effet, dans certains cas, le matériau se structure sous agitation. Le terme "antithixotropie" ou anciennement

"rhéopexie" est alors employé pour décrire ce genre de comportement.

#### I.1.1.6.2 La mesure de la thixotropie

La question qui se pose alors est : comment peut-on avoir une mesure de la thixotropie d'un fluide ? Le comportement thixotrope étant un comportement complexe, différentes techniques existent afin d'en mesurer les effets [55].

Une première méthode consiste à faire des mesures d'hystérésis. Lors de ces mesures, une rampe croissante et une rampe décroissante de gradient de vitesses sont successivement appliquées. La thixotropie du fluide étudié fait alors que l'on observe une boucle d'hystérésis, voire plusieurs, si l'essai est répété. Les effets de la thixotropie sont alors mesurés à partir de l'aire entre la courbe inférieure et la courbe supérieure. Toutefois, cette technique a un inconvénient majeur puisqu'elle fait varier à la fois le gradient de vitesses et le temps. Or, le comportement thixotrope dépend de ces deux paramètres et par conséquent, avec ces essais, il est impossible de connaître l'influence de chacun des paramètres sur le comportement du fluide.

De plus, pour un même matériau, des résultats différents peuvent être obtenus car le comportement thixotrope dépend notamment des conditions de l'expérience et de l'histoire de l'échantillon de fluide étudié. Considérant cela, une autre façon de mesurer la thixotropie est d'appliquer un échelon de vitesse de cisaillement et de suivre l'évolution de la contrainte en fonction du temps. La contrainte, sous l'effet d'un gradient de vitesses constant, va mettre un certain temps pour atteindre une valeur d'équilibre. Cette valeur peut être atteinte de deux façons différentes : soit la contrainte passe par un maximum et après elle décroît, soit elle croît progressivement jusqu'à la valeur d'équilibre. Dans le but de limiter les effets de mémoire du fluide sur les mesures, une solution consiste à appliquer un gradient de vitesses important au fluide pour que la réponse en contrainte dépende un minimum de l'histoire du fluide. Les essais sont ensuite répétés en faisant varier le temps de repos du fluide. Enfin, l'évolution de la contrainte maximale en fonction du temps de repos fournit des informations sur la thixotropie du fluide.

Il existe d'autres types d'essais pour caractériser la thixotropie que nous ne développons pas ici mais qui sont bien documentés dans l'article de Mewis et Wagner [55].

#### I.1.1.6.3 La modélisation de la thixotropie

Tout comme il existe de nombreuses méthodes pour mesurer les effets de la thixotropie, il existe aussi de nombreux modèles. Ces modèles sont basés sur différentes approches : une approche tensorielle [39, 32, 58, 53, 88], des modèles structurels cinétiques [34, 12, 32, 15, 83, 88] et des modèles microstructuraux [64, 73, 74, 78, 55]. Nous n'entrons pas ici dans le détail de ces différents modèles, nous en présentons rapidement une forme générale et nous renvoyons le lecteur aux différentes références pour de plus amples informations.

L'approche tensorielle a pour base la définition générale d'une loi de comportement tout en prenant en compte l'histoire du fluide et la possibilité d'un seuil de contrainte.

$$\underline{\underline{T}}(t) = \frac{\tau_s(t', t)}{\sqrt{\Pi_T(t)/2}} \underline{\underline{T}}(t) + 2\eta(t', t) \underline{\underline{D}}(t), \quad tr(\underline{\underline{T}}^2) > 2\tau_s^2 \quad (\text{I.15})$$

Dans cette équation,  $\underline{\underline{T}}(t)$  est le déviateur du tenseur des contraintes instantanées dont  $\Pi_T$  est le second invariant ( $\Pi_T = \text{tr}(\underline{\underline{T}}^2)$ ),  $\underline{\underline{D}}(t)$  est le tenseur des taux de déformation instantanés et  $t'$  est un temps qui permet de prendre en compte l'histoire du matériau. Ce modèle peut être modifié pour que la viscosité ou la contrainte seuil dépendent de l'histoire de manière exponentielle.

Toutefois, avec cette approche tensorielle, l'évolution de la structure du fluide n'intervient pas dans le modèle. C'est pourquoi d'autres modèles ont été développés pour prendre en compte ce paramètre, ce sont les modèles structurels cinétiques.

$$\begin{cases} \underline{\underline{T}}(t) &= f_1 [\delta(x, y, z, t), \Pi_{\dot{\gamma}}(t)] \\ \frac{d\delta(x, y, z, t)}{dt} &= f [\delta(x, y, z, t), \Pi_{\dot{\gamma}}(t)] \end{cases} \quad (\text{I.16})$$

La fonction  $f_1$  est de type loi de comportement rhéologique décrite au §I.1.1.5 et la fonction  $f$  correspond à une équation cinétique pour le paramètre de structure  $\delta$ . Ce type de modèle n'introduit pas de fonction mémoire comme le précédent (Équation I.15). Cependant, le paramètre de structure varie de 0 (pour un état totalement déstructuré) à 1 (pour un état totalement structuré) ou à l'infini pour certains modèles [15, 83]. Comme  $\Pi_T$  est le second invariant du tenseur  $\underline{\underline{T}}(t)$  (Équation I.15),  $\Pi_{\dot{\gamma}}(t)$  est le second invariant du tenseur  $\underline{\underline{D}}(t)$  et représente les conditions instantanées d'écoulement. Il faut ensuite définir une équation cinétique pour le paramètre de structure  $\delta$  dont voici un exemple :

$$\frac{d\delta}{dt} = -k_1 \dot{\gamma}^a \delta^b + k_2 \dot{\gamma}^c (1 - \delta)^d \quad (\text{I.17})$$

Dans cette équation cinétique,  $k_1$  et  $k_2$  sont les paramètres qui contrôlent la déstructuration et la structuration. Les paramètres  $a, b, c, d$  sont déterminés pour que le modèle corresponde au mieux aux données expérimentales.

Enfin, il y a les modèles qui regardent ce qui se passe au niveau des particules, ce sont les modèles microstructuraux.

$$\begin{cases} \sigma_{el} &= S \Phi_{ef}^2 \left( \frac{\Phi_p}{\Phi_{ef}} \right)^{(5-2d_f-d_l)/(3-d_f)} \\ \Phi_{ef} &= \frac{\Phi_p}{\Phi_{max}} \left( \frac{R_{ef}}{R_p} \right)^{3-d_f} \end{cases} \quad (\text{I.18})$$

$\Phi_p$  et  $R_p$  sont respectivement la fraction volumique et le rayon de la particule.  $d_f$  est la dimension fractale et  $d_l$  est la dimension chimique.  $R_{ef}$  est le rayon du floc,  $\Phi_{ef}$  est son volume effectif,  $\Phi_{max}$  est le maximum de la fraction volumique.  $\sigma_{el}$  est la contrainte élastique et  $S$  est un terme structurel complexe. Les modèles microstructuraux développés à ce jour sont plutôt élémentaires car ils nécessitent une connaissance approfondie des relations entre la structure du fluide et ses propriétés rhéologiques. C'est pourquoi, pour l'instant, ces modèles sont basés sur des structures fractales et partent de l'observation que la taille des flocs diminue suivant une loi puissance en fonction du gradient de vitesses.

### I.1.2 Les méthodes classiques de mesures rhéologiques

Dans cette partie, nous détaillons le principe et l'utilisation des méthodes classiques de rhéométrie reposant sur l'utilisation de rhéomètres rotatifs. L'appareil de mesure peut fonctionner soit en contrainte imposée, soit en taux de cisaillement imposé. Dans le premier cas, il imposera un couple et mesurera une vitesse de rotation alors que dans le deuxième cas, ce sera l'inverse. Le couple et la vitesse de rotation sont respectivement reliés à la contrainte de cisaillement et au gradient de vitesses suivant des relations propres à chaque géométrie.

Il existe un certain nombre de géométries qui peuvent être utilisées pour des essais de rhéométrie, chacune ayant ses propres conditions d'utilisation. Le choix de la géométrie dépend des propriétés du fluide à étudier et de la quantité de fluide dont on dispose. En effet, si le fluide est peu visqueux, l'utilisation de géométries de type "cône-plan" ou "plan-plan" est à éviter pour garder une bonne sensibilité des mesures. Dans ce cas, on utilisera plutôt une géométrie "à cylindres coaxiaux" ou "à double entrefer en cylindre". La viscosité du fluide n'est pas le seul paramètre à prendre en compte dans le choix de la géométrie, il y a aussi sa granulométrie. En effet, ce paramètre intervient dans le choix de la géométrie à cause de la taille de l'entrefer. Pour respecter l'hypothèse de milieu continu, il faut que la taille de l'entrefer soit au moins supérieur à dix fois la taille des plus grosses particules en suspension dans le fluide [43].

Dans notre étude, seulement deux géométries sont utilisées. Les conditions d'écoulement et les caractéristiques de ces géométries vont maintenant être présentées plus en détail, en commençant par la géométrie à cylindres coaxiaux puis la géométrie plan-plan.

#### I.1.2.1 La géométrie à cylindres coaxiaux

Cette géométrie, autrement appelée "géométrie de Couette" (du nom de son inventeur, Maurice Couette) est très souvent utilisée en rhéométrie. Dans notre cas, nous l'utilisons pour déterminer des lois de comportement et des lois rhéo-optiques pour des suspensions de Laponite et des solutions de Milling Yellow (Chapitre II, Chapitre IV).

Dans cette partie, nous traitons deux aspects de cette géométrie. Tout d'abord, comment l'évolution de la contrainte de cisaillement et du gradient de vitesses entre les deux cylindres peut être obtenue. Puis, à partir de quand et pour quelles conditions d'écoulement il peut y avoir apparition d'instabilités.

##### I.1.2.1.1 La détermination de la contrainte et du gradient de vitesses

La géométrie de Couette est composée d'une cuve (cylindre extérieur) et d'un cylindre intérieur (Figure I.5). Initialement, dans cette géométrie, le cylindre extérieur était en rotation alors que le cylindre intérieur était fixe. Par la suite, cette géométrie a été plus couramment utilisée en fixant le cylindre extérieur et en entraînant en rotation le cylindre intérieur. Il est aussi possible que les deux cylindres soient entraînés en rotation, soit dans le même sens, soit dans des sens contraires.

Dans cette configuration, le fluide placé entre les deux cylindres va être cisailé suivant des couches concentriques. En considérant que l'écoulement est permanent, laminaire, que la surface libre reste plane (forces normales négligeables) et qu'il n'y a pas de glissement au niveau des parois, dans le cas d'un cylindre extérieur fixe et d'un cylindre intérieur en rotation, on peut

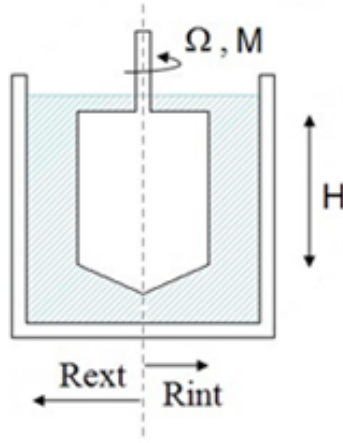


FIGURE I.5 – Géométrie à cylindres coaxiaux.

déterminer les expressions de la contrainte de cisaillement (Équation I.19) et du gradient de vitesses (Équation I.20) dans l'entrefer.

$$\tau(r) = \frac{M}{2\pi H r^2} \quad (\text{I.19})$$

$$\dot{\gamma}(r) = -r \frac{\partial \Omega}{\partial r} = -r \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{V_\theta}{r} \right) \quad (\text{I.20})$$

Dans ces équations,  $\tau(r)$  est la contrainte de cisaillement en tout point de l'entrefer,  $\dot{\gamma}(r)$  est le gradient de vitesses aussi en tout point de l'entrefer,  $M$  est le couple appliqué au cylindre intérieur pour l'entraîner en rotation,  $\Omega$  est sa vitesse angulaire de rotation,  $H$  est la hauteur du cylindre intérieur et  $r$  est le rayon variant entre  $R_{int}$  (rayon du cylindre intérieur) et  $R_{ext}$  (rayon du cylindre extérieur). A partir de ces deux formulations (Équations I.19 et I.20), on se rend bien compte que la contrainte de cisaillement est facilement identifiable partout dans l'entrefer, ce qui n'est pas le cas pour le gradient de vitesses à moins de faire des hypothèses simplificatrices, ou de disposer d'un fluide newtonien, ce qui donne pour le gradient de vitesses [95] :

$$\dot{\gamma}(r) = 2\Omega \frac{R_{ext}^2 R_{int}^2}{R_{ext}^2 - R_{int}^2} \frac{1}{r^2} \quad (\text{I.21})$$

La première hypothèse que l'on peut faire est celle d'un entrefer mince, qui est correcte dans le cas où  $R_{ext}/R_{int}$  est de l'ordre de 1. Ceci nous permet de dire que la contrainte de cisaillement et le gradient de vitesses sont constants dans l'entrefer, ce qui conduit à :

$$\tau(R_{int}) = \frac{M}{2\pi H R_{int}^2} \quad (\text{I.22})$$

$$\dot{\gamma}(R_{int}) = \frac{R_{int} \Omega}{R_{ext} - R_{int}} \quad (\text{I.23})$$

Toutefois, même si cette hypothèse (qui moyenne la contrainte et le gradient de vitesses dans l'entrefer) fournit des résultats tout à fait acceptables et corrects pour des fluides simples comme les fluides newtoniens (ou dans notre cas les solutions de Milling Yellow), ce n'est plus vraiment le cas dès que l'on cherche à étudier des fluides complexes comme des fluides viscoplastiques. C'est pourquoi, pour la détermination des lois de comportement des suspensions de Laponite, nous allons utiliser une méthode de correction développée par Krieger et basée sur un développement limité de la définition générale du gradient de vitesses (Équation I.20) à la paroi du cylindre intérieur ( $r = R_{int}$ ).

$$\dot{\gamma}(R_{int}) = \frac{2\alpha^2}{\alpha^2 - 1} \Omega(1 + C_R) \quad (\text{I.24})$$

$$\text{Avec : } \begin{cases} \alpha &= 1 + \frac{R_{ext} - R_{int}}{R_{int}} \\ S' &= \left( \frac{d \ln \Omega}{d \ln M} - 1 \right) \ln \alpha \\ C_R &= \frac{\alpha^2 - 1}{2\alpha^2} \frac{S'}{\ln \alpha} \left[ 1 + \frac{2}{3} \ln \alpha + \frac{1}{3} S' - \frac{1}{45} S'^3 + \frac{2}{945} S'^5 - \dots \right] \end{cases}$$

Puisque les suspensions de Laponite sont des fluides viscoplastiques, si le cisaillement appliqué n'est pas suffisant pour dépasser la contrainte seuil, alors le rayon extérieur devra correspondre non plus au rayon du cylindre extérieur mais au rayon pour lequel la contrainte seuil est atteinte. La correction de Krieger est bien applicable dans le cas d'un entrefer mince. Par contre, pour des études en entrefer large, il est préférable d'utiliser la méthode de correction développée par Nguyen et Boger [61] :

$$\dot{\gamma}(\tau(R_{int})) = 2M \frac{d\Omega}{dM} \approx 2\Omega \frac{d \ln \Omega}{d \ln M} \quad (\text{I.25})$$

En effet, cette correction s'applique quand il y a une zone non cisailée dans l'entrefer, ce qui arrive fréquemment pour des fluides à seuil dans un entrefer large.

Au cours de cette thèse, nous utilisons un entrefer mince pour déterminer des lois de comportement (Chapitre II) que ce soit pour des solutions de Milling Yellow (dans certains cas) ou des suspensions de Laponite. Pour les solutions de Milling Yellow, il n'est pas nécessaire d'appliquer de corrections sur le gradient de vitesses, c'est pourquoi les données utilisées pour déterminer les lois de comportement correspondent aux données fournies directement par le rhéomètre avec l'hypothèse d'entrefer mince (Équations I.22 et I.23). Par contre, pour les suspensions de Laponite, ces données doivent être corrigées avec la formule de Krieger (Équation I.24) et utilisées avec l'hypothèse d'entrefer mince (Équation I.22).

Ensuite, pour déterminer des lois rhéo-optiques (Chapitre IV), nous utilisons à la fois un entrefer mince et un entrefer large. La grandeur concernée par ces lois étant la contrainte de cisaillement, elle est donc calculée dans le cas d'un entrefer mince (Équation I.22) et dans le cas d'un entrefer large (Équation I.26) en combinant l'équation générale (Équation I.19) et celle du cas d'un entrefer mince (Équation I.22).

$$\tau(r) = \tau(R_{int}) \left( \frac{R_{int}}{r} \right)^2 \quad (\text{I.26})$$



De plus, afin de vérifier qu'il n'y ait pas d'instabilités dans l'écoulement lors de nos mesures, nous devons aussi calculer le gradient de vitesses. Il est obtenu pour une entrefer mince avec la correction de Krieger (Équation I.24) et pour un entrefer large avec la correction de Nguyen et Boger (Équation I.25).

### I.1.2.1.2 Les instabilités de l'écoulement

Dans le cas d'un écoulement entre deux cylindres coaxiaux, il peut y avoir l'apparition d'instabilités de type Taylor-Couette. L'apparition de ces instabilités dépend de la nature du fluide étudié. C'est pourquoi de nombreux travaux [92, 76, 47, 86, 17, 46, 24, 3, 67] sur l'écoulement de Couette-Taylor ont été menés afin de comprendre comment se manifestent ces instabilités pour des fluides non-newtoniens. La présence de ces instabilités crée des rouleaux contrarotatifs (rouleaux de Taylor) dans l'écoulement (Figure I.6).

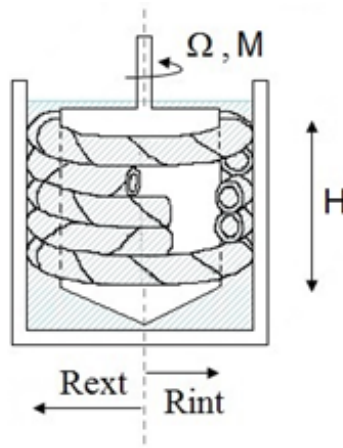


FIGURE I.6 – Représentation des rouleaux de Taylor dans une géométrie de Couette.

Les instabilités de Taylor-Couette dépendent de la vitesse angulaire des cylindres, de leur rayon, de la taille de l'entrefer et de la viscosité cinématique du fluide [67]. L'apparition de ces instabilités peut être liée à un nombre de Taylor qui dépend de chacun de ces paramètres. Si nous utilisons la définition classique du nombre de Taylor donnée par Chandrasekhar [11], nous avons alors :

$$T_a = 4 \left( \frac{\rho \Omega}{\eta_c} \right)^2 \frac{R_{int}^2}{R_{int} + R_{ext}} (R_{ext} - R_{int})^3 \quad (I.27)$$

Dans cette formulation,  $\eta_c$  est la viscosité dynamique critique (viscosité apparente pour un fluide non-newtonien),  $\Omega$  est la vitesse angulaire de rotation du cylindre intérieur et  $\rho$  est la masse volumique du fluide. En 2008, Dou *et al.* [24] ont défini une valeur critique du nombre de Taylor pour l'apparition d'instabilités. Cette valeur critique est de 1708. Le nombre de Taylor utilisé dans cette étude est basé sur le nombre de Reynolds ( $R_e$ ) et sur le rayon moyen de l'entrefer cisailé ( $R_0$ ).

$$T_a = R_e^2 \frac{R_{ext} - R_{int}}{R_0} \quad (I.28)$$

Avec :  $R_e = \frac{\rho \Omega R_{int}(R_{ext} - R_{int})}{\eta}$

Tout ceci nous donne une indication pour savoir quand l'écoulement est instable. Il serait maintenant intéressant de savoir quel(s) paramètre(s) fait qu'il y a des instabilités ou non. Les instabilités de type Taylor-Couette sont sensibles à de nombreux paramètres comme :

- Le comportement rhéofluidifiant

L'étude de Philippe *et al.* [67] leur a permis de montrer que pour un fluide suivant une loi puissance, le nombre de Taylor critique décroît fortement quand l'indice de rhéofluidification diminue. Ceci implique que plus le fluide est rhéofluidifiant, plus les instabilités dans l'écoulement apparaissent pour des vitesses de rotation faibles.

- La viscoélasticité

Les instabilités de type Taylor-Couette sont sensibles à la seconde différence des contraintes normales [86] et donc à la viscoélasticité du fluide [31]. La stabilisation de l'écoulement (qui correspond à une augmentation du nombre de Taylor critique) est d'autant plus importante que la viscoélasticité est faible. Toutefois, pour des matériaux fortement concentrés, la viscoélasticité est déstabilisante. Au niveau des différences de contraintes normales, la seconde différence de contraintes normales est fortement stabilisante si elle est négative. Au contraire, dans le cas où elle est positive, elle est déstabilisante tout comme la première différence de contraintes normales [17] y compris pour des vitesses de rotation très faibles.

- Le seuil d'écoulement

Landry *et al.* [46] ont mené des études sur les instabilités dans un écoulement de Couette-Taylor pour des fluides à seuil simples. Cette étude a démontré que l'augmentation de la contrainte seuil peut conduire à un écoulement moins stable dans le cas où les deux cylindres tournent dans le même sens par rapport au cas où ils tournent dans des sens contraires. Ceci montre que la présence d'un seuil d'écoulement et donc la possibilité d'une zone solide dans l'écoulement peut avoir des conséquences sur les instabilités de type Taylor-Couette.

- Les autres paramètres

Une étude menée par Crumeyrolle *et al.* [17] sur des solutions aqueuses de polyoxyéthylène de grande masse molaire dans un écoulement de Couette a montré que la stabilité est aussi sensible à la présence d'agrégats et de perturbations thermiques.

Étant donné les fluides que nous étudions dans cette thèse (suspensions de Laponite et solutions de Milling Yellow), nous devons, au vu de ces commentaires, faire attention à la véracité des résultats obtenus. En effet, la présence d'instabilités de type Taylor-Couette lors des mesures peut entraîner des erreurs d'interprétation. De plus, des mesures de SAXS (Small Angle X-Ray Scattering) réalisées par Philippe *et al.* [67] ont montré que l'apparition des tourbillons de Taylor-Couette entraîne une orientation moyenne des particules qui est légèrement décalée sous l'effet d'un second écoulement convectif (Figure I.7).

Cette étude montre alors que les tourbillons de Taylor-Couette ont une influence sur l'anisotropie de la suspension. Par conséquent et comme nous allons le voir plus loin dans ce manuscrit, si des tourbillons apparaissent pendant une étude sur des suspensions biréfringentes alors que des

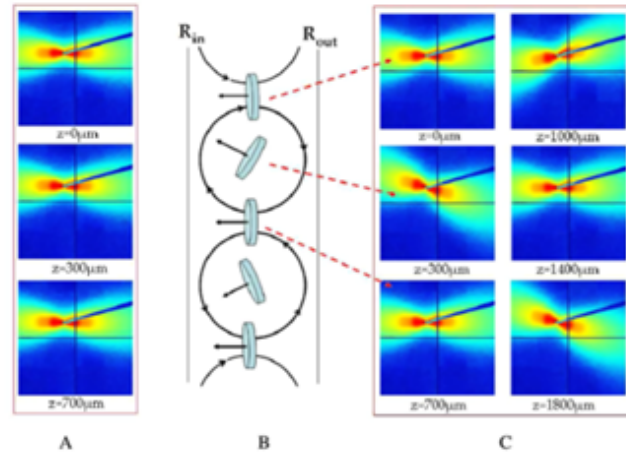


FIGURE I.7 – Scan vertical de l’entrefer de la cellule avant (A) et après (C) l’apparition d’instabilités dans des mesures pour différentes positions de hauteur pour une suspension de beidellite. (B) est une représentation schématique de l’orientation des particules dans l’entrefer de la cellule. Figure issue de [67].

mesures de photoélasticimétrie sont réalisées, les tourbillons modifient les résultats puisque la biréfringence dépend de l’anisotropie du matériau étudié (voir plus loin dans ce chapitre).

### I.1.2.2 La géométrie plan-plan

La géométrie plan-plan est utilisée dans le cas d’étude de fluides très visqueux ou dans le cas de fluides ayant de gros grains. En effet, le principal avantage de cette géométrie est la possibilité de régler l’entrefer de mesure à la taille que l’on souhaite. Dans notre cas, nous utilisons cette géométrie pour réaliser des mesures de rhéométrie classique sur des suspensions de Laponite (Chapitre II) et surtout pour les mesures couplées de PIV et de photoélasticimétrie (Chapitre IV) appliquées à une solution de Milling Yellow et aux suspensions de Laponite.

La géométrie plan-plan est composée d’un plateau inférieur fixe et d’un plateau supérieur entraîné en rotation (Figure I.8). Dans cette configuration, le fluide qui est placé entre les deux plateaux va être cisailé suivant des plans parallèles aux deux plateaux avec une vitesse nulle au niveau du plateau inférieur et une vitesse maximale correspondant à la vitesse du plateau supérieur. L’hypothèse cachée derrière cette phrase est que le glissement est nul au niveau des parois.

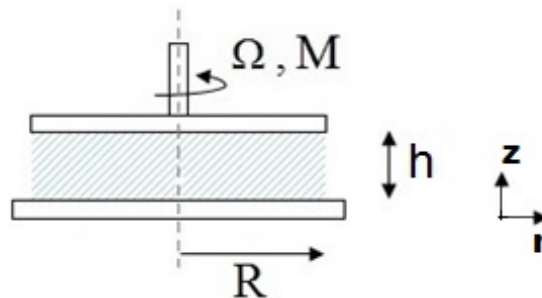


FIGURE I.8 – Géométrie plan-plan.

Dans le cas d'un écoulement laminaire, avec une distribution linéaire des déformations, l'évolution de la vitesse est donc de la forme :

$$V(r, z) = \frac{r\Omega z}{h} \quad (\text{I.29})$$

Dans cette équation,  $r$  et  $z$  sont les coordonnées d'un point dans l'entrefer,  $h$  est la taille de l'entrefer et  $\Omega$  est la vitesse angulaire de rotation du plateau supérieur. Connaissant la définition du gradient de vitesses (Équation I.5), son expression dans l'entrefer de la géométrie plan-plan est définie de la façon suivante (voir le détail du calcul en annexe A.2) :

$$\dot{\gamma}(r, z) = \sqrt{\left(\frac{\partial V}{\partial r} - \frac{V}{r}\right)^2 + \left(\frac{\partial V}{\partial z}\right)^2} \quad (\text{I.30})$$

L'écriture de l'équation d'équilibre dans le cas d'un cisaillement simple implique que la contrainte de cisaillement dans une géométrie plan-plan ne dépend que du rayon. Par conséquent, elle est constante en fonction du plan de l'entrefer pour un rayon donné. Le couple appliqué au plateau supérieur pour l'entraîner en rotation peut être défini à partir de la contrainte de cisaillement [6].

$$M = 2\pi \int_0^R \tau(r) r^2 dr \quad (\text{I.31})$$

Dans cette équation,  $M$  est le couple appliqué,  $\tau(r)$  est la contrainte de cisaillement et  $R$  est le rayon du plateau supérieur. Dans cette géométrie, la contrainte est considérée comme étant constante et a pour expression :

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3} \quad (\text{I.32})$$

Or, Coussot [14] rappelle la généralisation de l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de vitesses démontrée par Piau [68] dans cette géométrie.

$$\tau(\dot{\gamma}_R) = \frac{3M}{2\pi R^3} + \frac{\dot{\gamma}_R}{2\pi R^3} \frac{dM}{d\dot{\gamma}_R} \quad (\text{I.33})$$

$\dot{\gamma}_R$  représente le gradient de vitesses à la périphérie ( $\dot{\gamma}_R = R\Omega/h$ ). Cette formulation de la contrainte nécessite de connaître l'évolution du couple en fonction du gradient de vitesses. C'est pourquoi, cette correction sur le calcul de la contrainte ne peut être apportée qu'à la fin d'un essai de rhéométrie. En effet, dans les appareils de mesure, des simplifications des formules sont implantées pour obtenir l'évolution de la contrainte de cisaillement et du gradient de vitesses en fonction du couple et de la vitesse de rotation du plateau supérieur (Équations I.34 et I.32).

$$\dot{\gamma} = \frac{3}{4} \frac{R\Omega}{h} \quad \left( \text{ou} \quad \dot{\gamma} = \frac{2}{3} \frac{R\Omega}{h} \right) \quad (\text{I.34})$$

La valeur qui est prise pour le gradient de vitesses dépend de l'appareil de mesure. En effet, pour certains, le gradient de vitesses obtenu correspond au gradient de vitesses au  $3/4$  du rayon du plateau supérieur, alors que pour d'autres, ce sera au  $2/3$  de ce rayon.

### I.1.3 Les méthodes locales

Les méthodes de mesure que l'on peut qualifier de "locales" qui sont utilisées en mécanique des fluides peuvent être classées en deux catégories :

- les techniques qui permettent d'avoir une information sur la structure des fluides,
- les techniques qui permettent de déterminer le comportement rhéologique local, basées sur des mesures optiques et principalement des mesures de champs de vitesses.

Récemment, Peuvrel-Disdier *et al.* [65] expliquent ce que certaines méthodes locales couplées à de la rhéométrie classique peuvent apporter à la compréhension du comportement de fluides complexes. Ils détaillent en particulier des techniques de diffusion de rayonnements (rayons X, neutrons et lumière), des techniques de résonance magnétique (IRM) et enfin des techniques de vélocimétrie ultrasonore (USV). Nous présentons ici quelques études qui ont été menées sur des fluides non-newtoniens en utilisant ces différentes méthodes locales.

#### I.1.3.1 Les techniques de diffusion

Nous nous intéressons dans un premier temps aux techniques de diffusion. Ces techniques permettent d'avoir des informations sur un matériau à une échelle qui s'étend du nanomètre au micron. Elles font partie des techniques permettant d'obtenir des informations structurales sur le fluide comme l'agencement des objets entre eux, leur répartition, leur orientation et l'homogénéité (ou hétérogénéité) de leur distribution dans l'espace [96, 10, 94]. Il existe deux catégories de techniques de diffusion :

- les techniques résolues en espace comme par exemple la diffusion de rayons X ou de neutrons aux petits angles, la diffusion statique de la lumière ou la biréfringence globale d'écoulement,
- les techniques résolues en temps comme la spectroscopie par corrélation de photons X, la diffusion dynamique de la lumière ou la biréfringence locale d'écoulement.

Remarque : Tout ce qui concerne la biréfringence (qu'elle soit globale ou locale) n'est pas traité dans cette partie. En effet, puisque c'est l'une des techniques que nous utilisons au cours de cette thèse, une partie entière de ce chapitre lui est consacrée.

En 1997, Fuller [27] a utilisé trois techniques optiques pour caractériser l'interface complexe qu'il peut y avoir entre deux fluides : le dichroïsme, la BAM (Brewster Angle Microscopy) et la microscopie par fluorescence. Le dichroïsme est utilisé pour suivre l'orientation moléculaire des espèces à l'interface, mais il a aussi le grand avantage de permettre la discrimination de composants chimiques spécifiques. Les deux autres techniques (techniques de microscopie) peuvent être utilisées pour suivre la dynamique et la structure d'objets à une échelle mésoscopique.

Ces méthodes sont particulièrement adaptées à l'étude des suspensions argileuses, qu'elles soient naturelles ou de synthèse comme la Laponite. L'évolution de l'orientation des particules de montmorillonite et de beidellite dans un écoulement de Couette a ainsi pu être déterminée par Philippe *et al.* [66] à l'aide de mesures de rhéo-SAXS (Small Angle X-Ray Scattering). Ils ont alors pu montrer que pour ces deux suspensions, l'orientation moyenne des particules est

entièrement contrôlée par la contrainte de cisaillement locale autour de la particule. Connaissant l'orientation moyenne des particules et en prenant en compte les interactions hydrodynamiques dans la suspension, ils ont alors pu déterminer l'évolution de la viscosité en fonction de la contrainte (Figure I.9).

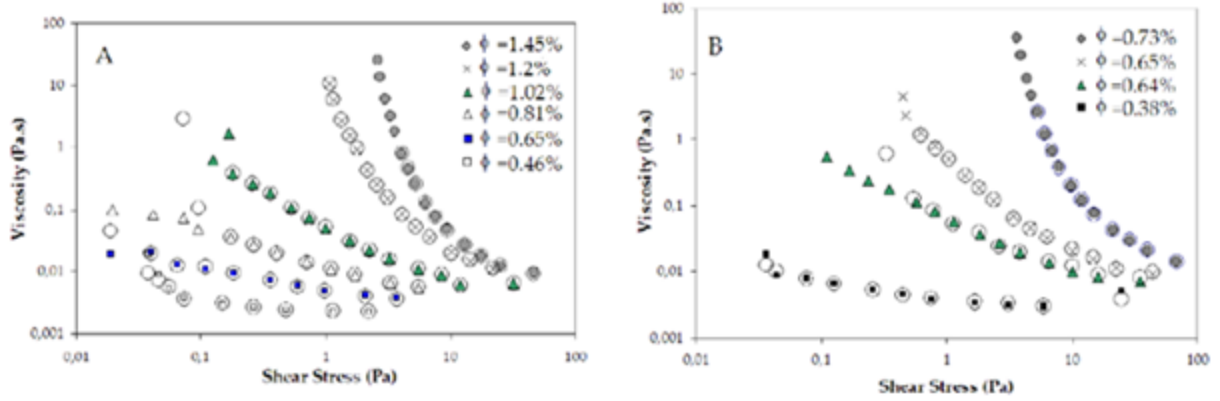


FIGURE I.9 – Modélisation de la viscosité pour différentes fractions volumiques pour des suspensions aqueuses A) de beidellite Idaho et B) de montmorillonite Wyoming. Les divers symboles correspondent à des mesures rhéologiques et les cercles ouverts correspondent au modèle. Figure issue de [66].

La viscosité apparente ainsi obtenue correspond bien à celle qui peut être mesurée dans la géométrie de Couette (en réalisant une mesure classique) du moment que les effets collectifs (le mouvement d'amas de particules au lieu de particules isolées) ne sont pas trop importants. Enfin, les mesures de SAXS peuvent être combinées avec des mesures de diffusion de neutrons aux petits angles et de diffusion de lumière statique [70]. Cette combinaison permet d'avoir une vue d'ensemble des interactions et de la structure d'un gel de Laponite (Figure I.10).

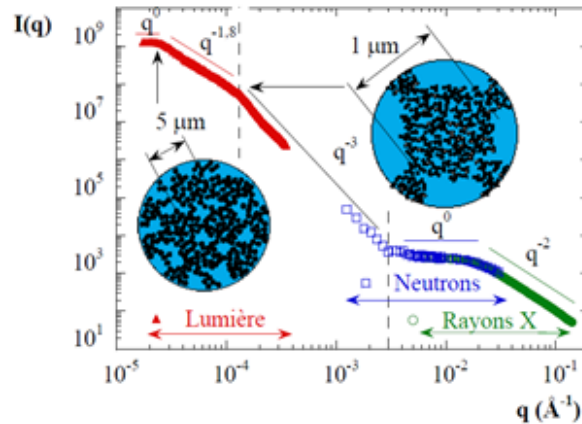


FIGURE I.10 – Diffusion de rayons X et de neutrons aux petits angles et diffusion de lumière statique pour une suspension de Laponite au repos. Figure issue de [70].

Pour les plus grands vecteurs d'onde (de  $3 \cdot 10^{-2}$  à  $10^{-1} \text{ Å}^{-1}$ ) correspondants aux dimensions des particules (de quelques nanomètres), l'intensité lumineuse diffusée suit alors une loi puissance en  $q^{-2}$  qui est caractéristique de la présence de particules discotiques dispersées de manière isotrope. Ensuite, il y a un plateau horizontal qui est significatif d'une augmentation des interactions entre les particules. Puis, pour un vecteur d'onde compris entre  $10^{-4}$  et  $3 \cdot 10^{-3} \text{ Å}^{-1}$ , l'évolution suit

une loi décroissante en  $q^{-3}$  qui représente une variation de la concentration en particules dans le volume de la suspension. Enfin, grâce aux mesures de diffusion de lumière statique, une organisation de type fractal a été mise en évidence. La dimension fractale est alors fonction des paramètres physico-chimiques de la suspension et du temps de vieillissement (temps depuis lequel la suspension est au repos). C'est la combinaison de ces trois techniques de mesure qui a permis de définir la composition d'une suspension de Laponite comme étant un ensemble d'amas qui forment des agrégats qui vont percoler pour aboutir à un arrangement hétérogène responsable du comportement rhéologique macroscopique de ces suspensions.

### **I.1.3.2 Les techniques de vélocimétrie ultrasonore**

Nous nous intéressons dans un deuxième temps aux techniques de vélocimétrie ultrasonore. Elles entrent dans la catégorie des techniques qui permettent de déterminer le comportement rhéologique local puisqu'elles sont utilisées pour obtenir des données locales sur la vitesse d'un écoulement en réalisant un suivi acoustique des particules.

Le grand avantage des ultrasons est leur capacité à pénétrer des milieux optiquement opaques [65], ce qui permet de réaliser des mesures avec des cellules aux parois rugueuses. Par conséquent, l'influence de la rugosité des parois sur le glissement apparent peut être étudiée. Par contre, pour certains fluides complexes qui ne diffusent pas suffisamment les ultrasons, il peut être nécessaire d'ajouter des agents de contraste comme il est nécessaire d'ensemencer le fluide pour des techniques comme la PIV (Particle Image Velocimetry).

De plus, pour des fréquences trop faibles (de 1 MHz à 10 MHz), la résolution spatiale obtenue avec des techniques d'ultrasons est insuffisante pour l'étude de fluides complexes à une échelle mésoscopique. Manneville *et al.* [49] ont alors développé un nouveau montage expérimental permettant des études à plus haute fréquence (36 MHz). Ce nouveau montage permet des mesures sur des fluides complexes comme des copolymères, des émulsions concentrées, des organogels ou encore une solution de polyacrylamide [99, 49] dans une géométrie de Couette. Toutefois, la réalisation de mesures dans cette géométrie avec une technique d'USV (Ultrasound Speckle Velocimetry) nécessite quelques précautions [65]. En effet, pour considérer qu'une mesure de la vitesse tangentielle est bien effectuée, il faut s'assurer que l'écoulement est stable pour que la composante radiale de la vitesse reste négligeable.

### **I.1.3.3 Les techniques de résonance magnétique**

Une autre technique pour déterminer des profils de vitesse est l'IRM (Imagerie par Résonance Magnétique). Elle permet de mesurer, de manière non destructive et localisée dans l'espace, des informations physico-chimiques, cinématiques et structurales au moyen de champ magnétique intense [65]. Tout l'intérêt de cette technique de mesure est qu'elle permet la détermination d'un champ de vitesses au sein d'un fluide opaque, ce qui n'est pas le cas par exemple de la PIV. Toutefois, il faut s'assurer que le fluide étudié n'est pas ferreux puisque cette technique implique l'utilisation de forts champs magnétiques.

En 2004, Roussel *et al.* [83] ont développé un modèle pour prédire la forme de profils de vitesses dans une géométrie de Couette, l'arrêt de l'écoulement au rayon critique et la variation de rayon critique avec la vitesse imposée. Ils ont testé leur modèle sur une suspension de bentonite et ils ont comparé les résultats avec des mesures réalisées par IRM (Figure I.11).



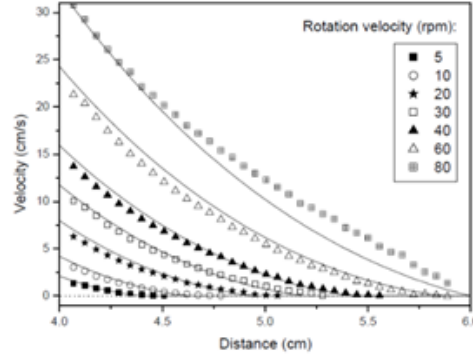


FIGURE I.11 – Profils de vitesse prédits par le modèle (ligne continue) et mesures par IRM (symboles) à l'état d'équilibre pour différentes vitesses de rotation imposées. Figure issue de [83].

Ils obtiennent une bonne correspondance entre leur modèle et les mesures expérimentales pour des vitesses de rotation inférieures à 60 tr/min. Pour des vitesses supérieures, il reste encore des différences qu'ils pensent être dues au rayon critique qui est trop proche (voire supérieur) du rayon du cylindre extérieur.

Les champs magnétiques ne sont pas utilisés seulement pour déterminer des profils de vitesses. Les contraintes seuil statique et dynamique de suspensions magnétorhéologiques dans une matrice de Laponite ont été étudiées [81]. La contrainte seuil de la matrice, qui sert à freiner la sédimentation des microparticules magnétiques de carbonyle de fer, a un effet négligeable sur la contrainte seuil statique pour des champs magnétiques appliqués suffisamment forts. De plus, excepté pour les plus faibles champs magnétiques et les plus faibles concentrations, une bonne correspondance entre les contraintes seuil statique et dynamique a été mise en évidence (Figure I.12).

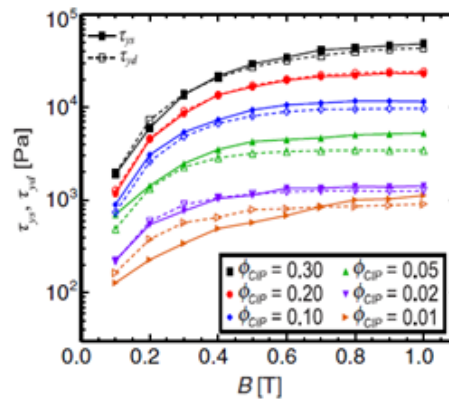


FIGURE I.12 – Contraintes seuil statique et dynamique en fonction du champ magnétique pour différentes fractions volumiques de poudre de carbonyle de fer dans une suspension aqueuse de Laponite à 3,0% en masse pour un temps de vieillissement de 10 minutes. La contrainte seuil statique est en symbole plein et ligne pleine, la contrainte seuil dynamique est en symbole vide avec une ligne en pointillé. Figure issue de [81].

Ces résultats impliquent généralement une dominance des interactions dipolaires inter-particules



sur la contrainte seuil de la matrice. Ils ont été analysés à l'aide d'un paramètre de seuil magnétique adimensionné qui quantifie l'équilibre des contraintes sur les particules.

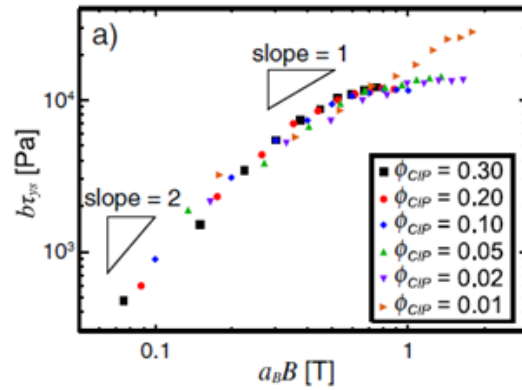


FIGURE I.13 – Courbe maîtresse pour l'évolution de la contrainte seuil statique en fonction du champ magnétique dans une matrice de Laponite à 3,0% en masse à un temps de vieillissement de 10 minutes. Les mesures pour les différentes concentrations ont été ramenées à une concentration de référence  $\Phi_{CIP} = 0,10$  par l'introduction de facteurs de décalage horizontal et vertical  $a_B$  et  $b$  respectivement. Figure issue de [81].

Une courbe maîtresse peut être construite sur l'évolution de la contrainte seuil statique en fonction du champ magnétique appliqué (Figure I.13). La possibilité d'obtenir une courbe maîtresse indique clairement une superposition entre la concentration et la magnétisation des particules, moyennant l'introduction de deux paramètres de décalage ( $a_B$  et  $b$ ) qui varient avec la concentration.

Enfin, en 2004, Baudez *et al.* [7] ont proposé une méthode alternative à l'IRM, la PIV, les ultrasons et la diffusion de lumière pour la détermination de vitesses locales. C'est une méthode qui utilise seulement un rhéomètre. Le principe est de reconstruire le profil de vitesse d'un écoulement sous contrainte imposée dans une géométrie de Couette pour de petites amplitudes de contraintes. Cette technique paraît appropriée pour les fluides à seuil et peut être utilisée pour détecter du glissement à la paroi. La validation de leur technique a été faite avec un gel de Carbopol en comparant les profils de vitesse obtenus à l'aide de cette technique avec des profils obtenus par l'IRM (Figure I.14).

La correspondance des deux profils de vitesse sur à peu près quatre décades prouve la validité des deux techniques.

#### I.1.4 Bilan

Nous venons de présenter des méthodes globales et locales de rhéométrie. Dans le cadre de notre étude, nous utilisons une méthode de rhéométrie globale pour avoir une première approche du comportement (à une échelle macroscopique) des différents fluides que nous souhaitons étudier. Les méthodes locales présentées dans cette partie sont principalement des mesures de vitesses. Nous avons donc dû chercher une autre méthode locale pour déterminer des champs de contraintes.

Les fluides que nous cherchons à caractériser présentant des seuils d'écoulement, nous nous sommes tournés vers la mécanique des solides et plus particulièrement vers la photoélasticimé-

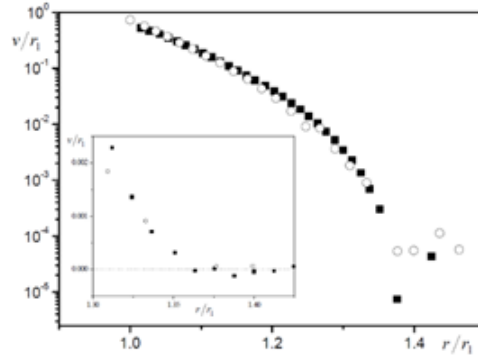


FIGURE I.14 – Profil de vitesse à l’état établi d’un gel de Carbopol dans une géométrie de Couette pour une vitesse de rotation donnée, obtenu avec la méthode de reconstruction (cercles) et mesuré par IRM (carrés). Le second tracé montre à une plus grande échelle les données au niveau de l’interface entre la région cisailée et celle (apparemment) non cisailée. Figure issue de [7].

trie, que nous détaillons dans la deuxième partie de ce chapitre. Enfin, en ce qui concerne la détermination des champs de vitesses locaux, nous nous focalisons dans ce travail sur la vélocimétrie par images de particules. Nous expliquons cette technique de mesure dans la dernière partie de ce chapitre.

## I.2 La photoélasticimétrie

La photoélasticimétrie est une méthode optique qui permet d’analyser la répartition et la valeur des contraintes ou des déformations subies par un matériau lorsqu’il est soumis à un chargement. Cette méthode n’est pas applicable à tous types de matériau, il faut que celui-ci soit biréfringent.

Cette seconde partie du chapitre est dédiée à cette technique de mesure. Elle s’articule autour de deux axes : le principe de la photoélasticimétrie et l’utilisation des propriétés de biréfringence pour l’étude des fluides.

### I.2.1 Le principe de la technique

Dans le but de clarifier au maximum l’explication de la technique de photoélasticimétrie, nous découpons cette partie en plusieurs étapes. Tout d’abord, nous faisons un rappel sur ce qu’est la lumière. Ensuite, nous abordons les propriétés de biréfringence pour finir par l’explication de la méthode qui permet de remonter aux grandeurs qui nous intéressent comme les contraintes ou les déformations dans un matériau.

#### I.2.1.1 Rappels sur la lumière

La lumière est un ensemble d’ondes électromagnétiques qui peuvent être associées à des champs électrique et magnétique [72]. Ces champs peuvent être décrits par un vecteur électrique  $\vec{E}$  et un vecteur magnétique  $\vec{B}$  (Figure I.15).

Si la lumière est composée de toutes les longueurs d’onde qui se trouvent dans le domaine visible (de 380 nm à 780 nm), alors c’est une lumière blanche. Par contre, si elle n’est composée que d’une seule longueur d’onde, c’est une lumière monochromatique.

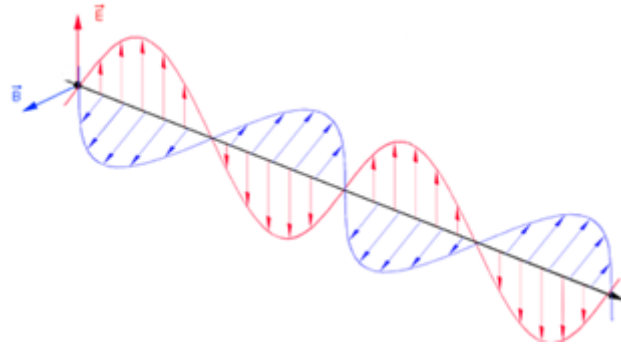


FIGURE I.15 – Schématisation de la propagation de la lumière.

L'ajout d'un polariseur sur le chemin de la lumière permet de polariser l'onde lumineuse et donc de définir une direction de propagation du vecteur électrique. De plus, l'utilisation d'un second objet, appelé analyseur, permet d'éteindre la lumière polarisée du moment que les axes de l'analyseur ( $x_a, y_a$ ) sont perpendiculaires à ceux du polariseur ( $x_p, y_p$ ) (Figure I.16).

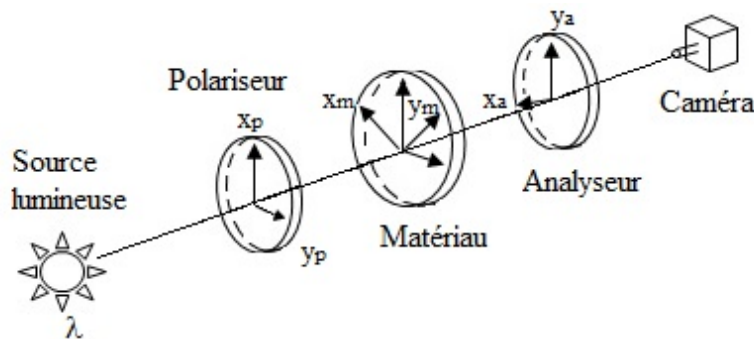


FIGURE I.16 – Représentation d'un montage pour des mesures de photoélasticimétrie.

Dans cette configuration, la caméra pourra observer un rayon lumineux que si un matériau biréfringent, d'axes ( $x_m, y_m$ ), est placé entre le polariseur et l'analyseur. En effet, la présence de ce matériau aura pour conséquence de modifier la direction de propagation de la lumière, ce qui signifie que le vecteur électrique ne sera plus perpendiculaire aux axes de l'analyseur. Ceci permettra alors à la lumière de traverser l'analyseur. Dans ce cas de figure, les propriétés optiques (comme la biréfringence) du matériau ont un rôle important. On peut alors se demander d'où vient cette propriété optique si particulière.

### I.2.1.2 La propriété de biréfringence

La biréfringence est une propriété optique que possèdent certains matériaux. Elle peut être soit naturelle, soit accidentelle [72] et due à différents phénomènes. C'est pourquoi on parle aussi de biréfringence de forme, d'orientation ou de contrainte [71, 57].

Dans le cas d'une biréfringence naturelle (ou intrinsèque), c'est l'anisotropie optique du matériau qui est à l'origine du phénomène de biréfringence. En effet, si le matériau est isotrope optiquement, la lumière se propage à la même vitesse dans toutes les directions. Au contraire, lorsque le matériau est optiquement anisotrope, la vitesse de propagation de la lumière est différente suivant les axes principaux du matériau.

La biréfringence accidentelle est différente. Elle a été découverte en 1816 par Brewster qui a

constaté que certains matériaux optiquement isotropes (comme le verre) deviennent biréfringents sous l'effet de sollicitations mécaniques. On peut alors faire la distinction entre les trois types de biréfringence. La biréfringence de forme est liée à la forme des particules dont le matériau est fait et celle qu'elles vont prendre sous l'effet de la sollicitation. La biréfringence d'orientation, quant à elle, est liée à l'orientation des particules due au mouvement imposé et leur désorientation due au mouvement brownien [57]. Enfin, la biréfringence de contrainte est liée à l'anisotropie résultant de l'application d'une contrainte localement dans le matériau.

En mécanique des solides, on retrouve principalement la biréfringence de contrainte mais pour les fluides, la biréfringence est souvent le résultat d'une combinaison de ces trois types de biréfringence [71, 57] comme ce qui a pu être observé pour des solutions de Milling Yellow.



FIGURE I.17 – Visualisation d'un réseau de franges d'interférence dans un matériau biréfringent soumis à un cisaillement.

Que ce soit naturel ou accidentel, la traversée d'un matériau biréfringent par une lumière polarisée fait apparaître un réseau de franges d'interférence causé par un déphasage de cette lumière (Figure I.17). Par conséquent, ce qui est mesurable en photoélasticimétrie, c'est ce déphasage ou retard optique. Or, ce sont les contraintes ou les déformations dans le matériau qui sont recherchées. D'où la question : comment peut-on remonter aux contraintes ou aux déformations dans le matériau à partir de l'observation d'un réseau de franges ?

### I.2.1.3 La théorie de base de la photoélasticité

Nous présentons ici la théorie dont nous aurons besoin plus tard. On se place alors dans un cas particulier : avec un polariseur rectiligne en champ clair. Dans ce cas, l'observation de réseau de franges permet de déterminer, par l'intermédiaire de l'intensité lumineuse diffusée (Équation I.35), le nombre de franges d'interférence.

$$I = I_0 \left[ 1 - \sin^2(2\alpha) \sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) \right] \quad (\text{I.35})$$

Cette intensité lumineuse diffusée ( $I$ ) dépend de trois paramètres :

- $I_0$  qui est l'amplitude des franges, exprimée en niveau de gris, si les images sont enregistrées avec une caméra noir et blanc numérique,
- $\alpha$  qui est le paramètre isocline, exprimé en radian,
- $\varphi$  qui est le paramètre isochrome, exprimé en radian.

La mesure de l'intensité lumineuse diffusée permet alors de connaître la valeur du paramètre isochrome. De plus, ce paramètre, autrement appelé phase, est directement lié au nombre de franges ( $k$ ) présentes dans le réseau observé (Équation I.36).

$$\varphi = 2\pi k \quad (\text{I.36})$$

D'autre part, la phase  $\varphi$  qui est mesurée dépend de la longueur d'onde  $\lambda$  de la source lumineuse,

de l'épaisseur  $e$  du matériau et des indices de réfraction  $n_1$  et  $n_2$  de la lumière suivant les axes principaux du matériau (Équation I.37).

$$\varphi = \frac{2\pi e}{\lambda}(n_1 - n_2) \quad (\text{I.37})$$

Au milieu du 19<sup>ème</sup> siècle, des études théoriques ont été menées par Neumann et Maxwell pour relier la phase aux déformations (Neumann) ou aux contraintes (Maxwell) [72, 100, 98]. Ils ont alors établi les lois de la photoélasticité connues aujourd'hui (Équations I.38, I.39, I.40).

$$\varphi = 2\pi \frac{Ce}{\lambda}(\sigma_1 - \sigma_2) \quad (\text{I.38})$$

$$\varphi = 2\pi \frac{e}{\lambda} 2C\tau \quad (\text{I.39})$$

$$\varphi = 2\pi \frac{eB}{\lambda}(\epsilon_1 - \epsilon_2) \quad (\text{I.40})$$

Dans ces équations,  $\tau$  est la contrainte de cisaillement,  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  sont les contraintes principales,  $\epsilon_1$  et  $\epsilon_2$  sont les déformations principales,  $C$  est le coefficient tensio-optique du matériau exprimé en Brewster (1 Br =  $10^{-12}$  m<sup>2</sup>/N) et  $B$  est une constante sans dimension.

En couplant les deux équations (Équations I.36 et I.39) reliant la phase au nombre de franges et à la contrainte de cisaillement ( $\tau$ ), cette dernière peut être déterminée en fonction de la densité de franges ( $k/e$ ) observée (Équation I.41).

$$\tau = \frac{k}{e} \frac{\lambda}{2C} \quad (\text{I.41})$$

Par la suite, cette relation sera appelée loi rhéo-optique car elle relie la contrainte de cisaillement dans le matériau aux caractéristiques optiques de ce même matériau.

Tout ce que nous venons de présenter est basé sur un montage (Figure I.16) tel que nous l'avons décrit plus haut. Il nécessite alors un polariseur et un analyseur. Toutefois, à la fin de la première moitié du 20<sup>ème</sup> siècle, Weller [97] a développé une technique pour réaliser des mesures de densité de franges sans avoir recours à un analyseur. Dans ce cas, l'analyseur est remplacé par le phénomène de diffusion (Figure I.18).

L'utilisation d'un tel montage permet en plus de déterminer une évolution de la densité de franges dans l'épaisseur de matériau traversé ( $d$ ). La contrainte de cisaillement ( $\tau$ ) peut alors être exprimée en fonction du coefficient tensio-optique ( $C$ ) du matériau, de l'ordre de franges ( $k$ ) ainsi que de la longueur d'onde de la source lumineuse ( $\lambda$ ).

$$\tau(d) = \frac{k}{d} \frac{\lambda}{2C} \quad (\text{I.42})$$

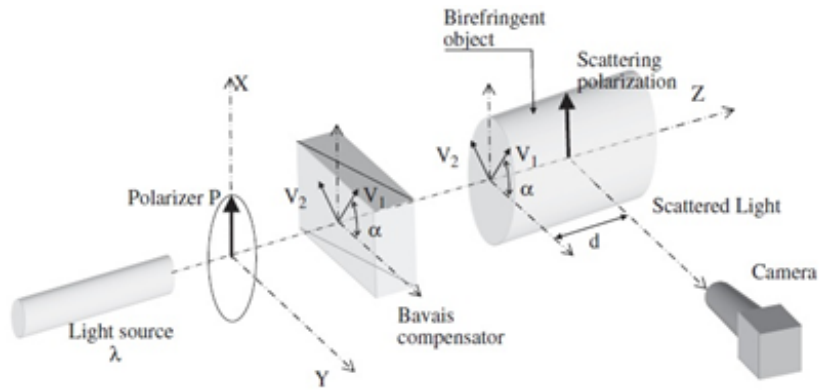


FIGURE I.18 – Schéma d'un polariscope modifié pour l'étude des franges de Weller en utilisant la technique de déphasage. Figure issue de [25].

Remarque : alors que précédemment (Équation I.41) la contrainte était moyennée sur l'épaisseur du matériau ( $e$ ), ici elle peut être connue en chaque point du matériau à une distance  $d$  comprise entre 0 et  $e$ .

La principale difficulté ensuite est de déterminer l'ordre de franges avec une précision suffisamment grande. Pour ce faire, il existe différentes approches dont une que nous détaillerons plus loin et qui a déjà fait l'objet d'une étude sur des suspensions de Laponite [25]. Le montage utilisé lors de cette étude est représenté plus haut (Figure I.18). Cette technique consiste à appliquer un déphasage, grâce à l'emploi d'un compensateur de Bravais, et permet d'augmenter considérablement la sensibilité de la détermination de l'ordre de franges.

Nous précisons cependant que toute cette théorie a été développée pour des cas bidimensionnels, c'est-à-dire pour des contraintes planes, pour des problèmes élastiques et pour des matériaux suffisamment biréfringents pour que le réseau de franges contienne au moins deux franges visibles. Toutefois, des adaptations peuvent être apportées pour des études portant sur des matériaux peu biréfringents comme la technique de décalage de phase sur laquelle nous reviendrons dans le troisième chapitre de ce manuscrit.

## I.2.2 L'utilisation des propriétés de biréfringence pour l'étude des fluides

Bien que la photoélasticimétrie soit une technique issue de la mécanique des solides, nous présentons surtout des applications sur des fluides puisque c'est dans ce cadre que nous l'utilisons au cours de cette thèse.

Bhowmik [9] a étudié les effets du coefficient d'absorption et de la différence d'indices de réfraction (anisotropie induite par la contrainte) sur la formation du réseau de franges qui peut être observé dans un solide diélectrique (une résine époxy). Il a alors constaté que l'augmentation du nombre de franges, qui s'accompagne d'une augmentation des coefficients d'absorption du matériau, a pour conséquence une exponentielle de la transmission de la lumière. Ceci l'amène à la conclusion que le profil de franges est fortement affecté quand les mesures de contraintes sont réalisées avec une lumière dont la longueur d'onde se situe dans la bande spectrale d'absorption du matériau. Ceci met donc en évidence que le choix de la lumière n'est pas anodin pour la réalisation de mesures de photoélasticimétrie.

Alors que dans cette étude (qui concerne un matériau solide), la biréfringence est liée à la

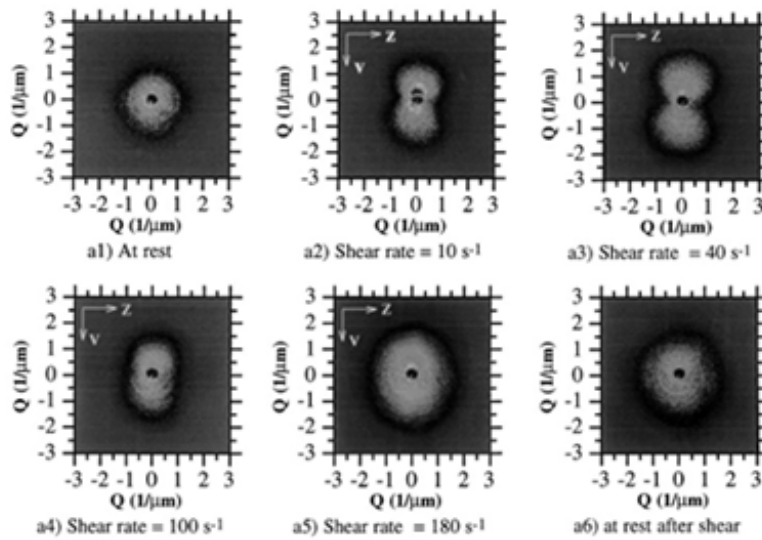


FIGURE I.19 – Visualisation de diffusion de lumière statique dans une suspension de Laponite sous cisaillement à une fraction volumique de 0,56% après un temps de gélation de 150 jours. Figure issue de [70].

contrainte au sein du matériau, il semble qu'en mécanique des fluides, les auteurs ont plutôt tendance à la relier au gradient de vitesses. C'est le cas notamment de Pignon *et al.* [70] qui ont cherché à étudier l'effet de l'intensité du gradient de vitesses et l'influence d'un écoulement en cisaillement sur les propriétés macroscopiques de suspensions de Laponite XLG.

Pour cela, ils ont utilisé deux configurations d'écoulement : un écoulement entre deux plans et un écoulement entre un cône et un plan. Ils se sont placés dans des conditions particulières afin de s'assurer de ne pas avoir de glissement aux parois pendant leurs essais et d'être toujours en écoulement donc pour des contraintes supérieures à la contrainte seuil du matériau étudié. Ils ont alors pu constater que quand la suspension est initialement au repos, le motif observé par diffusion de lumière statique est isotrope (Figure I.19 a1). Par contre, dès que la suspension est soumise à un cisaillement relativement faible (de  $10 \text{ s}^{-1}$  ou  $40 \text{ s}^{-1}$ ), le motif observé devient anisotrope et prend la forme d'un papillon (Figure I.19 a2 et a3). Cette forme de papillon est généralement attribuée à des fluctuations de concentration en particules ou en agrégats dans la direction de l'écoulement alors qu'aucune hétérogénéité n'est détectée dans la direction perpendiculaire. Comme on peut le voir sur la figure, l'état de structure de la suspension dépend du gradient de vitesses appliqué. En augmentant le gradient de vitesses, la marque sombre perpendiculaire à la direction de cisaillement décroît jusqu'à ce que la forme de papillon disparaisse. Ce phénomène s'accroît jusqu'à un gradient de vitesses critique pour lequel le motif de papillon est remplacé par un motif anisotrope (Figure I.19 a5). Enfin, quand le cisaillement est arrêté, le motif reste anisotrope pendant un certain temps (de l'ordre de plusieurs heures). Ce temps est nécessaire à la suspension pour retrouver ses propriétés macroscopiques qu'elle possédait avant l'essai.

Bien avant que cette étude sur des fluides aussi complexes que les suspensions de Laponite soit menée, Sadron [84] s'est intéressé à la biréfringence dynamique des liquides purs comme de l'alcool heptylique primaire ou de l'acide oléique. Il a alors réalisé des expériences entre deux cylindres coaxiaux pour différents liquides purs à différents régimes d'écoulement (laminaire ou turbulent). Il a alors constaté que la biréfringence est proportionnelle au gradient de vitesses



dans le cas d'un régime laminaire. Ceci lui a permis de définir une constante "dynamo-optique" dont les valeurs peuvent aller de  $4,5 \cdot 10^{12}$  s pour de l'alcool heptylique primaire à  $360 \cdot 10^{12}$  s pour de l'acide oléique. De plus, en faisant varier la taille de l'entrefer de mesure, la biréfringence n'est pas modifiée. Puis, dans le cas d'un régime turbulent, il remarque que les conditions de mesure deviennent très délicates et qu'une erreur systématique sur la mesure de biréfringence est faite. En effet, dans ce cas, les mesures sont fortement dispersées autour d'une valeur moyenne et par conséquent, la constante dynamo-optique calculée est, dans la plupart des cas, surestimée.

Decruppe *et al.* [20] se sont, quant à eux, intéressés à ce qui se passe au voisinage de l'apparition de tourbillons de Taylor. Pour cela, ils ont étudié la biréfringence induite par écoulement dans une géométrie de Couette pour une suspension de bentonite et pour le virus de la mosaïque du tabac. Après une étude théorique sur les expressions de l'angle d'extinction et de la biréfringence induite dans ce type d'écoulement, ils ont comparé leurs résultats théoriques avec des courbes expérimentales. C'est ainsi qu'ils ont remarqué que lorsque l'écoulement devient instable (à l'apparition des tourbillons de Taylor), la biréfringence des deux suspensions diminue fortement en fonction du gradient de vitesses.

Quelques équipes [48, 85] ont utilisé la biréfringence pour comprendre comment s'orientent les différentes particules d'une solution en écoulement. Par exemple, dans le cas de Schmidt *et al.* [85], l'orientation sous cisaillement de solutions viscoélastiques de mélanges polymère/argile a été étudiée. Ils ont alors observé que pour des faibles gradients de vitesses (inférieurs à  $40 \text{ s}^{-1}$ ), la biréfringence des solutions diminue en augmentant le gradient de vitesses jusqu'à atteindre une valeur minimale pour un gradient de vitesses critique (de  $40 \text{ s}^{-1}$ ). Ils expliquent que cette chute de biréfringence est la conséquence de l'orientation des plaquettes d'argile. Une fois que le gradient de vitesses critique est passé, la biréfringence augmente, signe que les chaînes de polymères commencent à s'étirer. Un autre exemple que nous pouvons citer est celui de Makhloufi *et al.* [48] qui ont cherché à étudier l'effet de l'ajout de pentanol sur la structure de micelles de CTAB (cetyltriméthylammonium bromide) en utilisant des mesures classiques de rhéométrie (mesures de viscosité dans une cellule de Couette) et des mesures optiques (mesures de biréfringence dans la même cellule). Ils ont alors remarqué que l'ajout de pentanol augmente, jusqu'à un certain point, la biréfringence (Figure I.20 b) et la viscosité apparente des solutions.

De plus, pour ces solutions, la biréfringence croît linéairement avec le gradient de vitesses (Figure I.20 a), ce qui est le signe d'une biréfringence causée par l'orientation des particules en mouvement.

Une décennie plus tard, Decruppe et Ponton [21] ont étudié les solutions de micelles de CTAB dans les domaines linéaire et non linéaire. Ils ont été capables de visualiser des bandes de cisaillement à l'aide de la biréfringence. En effet, en traçant l'évolution de la biréfringence en fonction du gradient de vitesses, ils observent deux évolutions linéaires dont l'une est un plateau au-delà d'un gradient de vitesses critique. Cette rupture de pente est caractéristique d'un écoulement en bandes de cisaillement ou de transitions de phase dans les systèmes micellaires.

Contrairement à toutes les études que nous avons présentées jusqu'ici et qui cherchent à représenter la biréfringence en fonction du gradient de vitesses, Humbert et Decruppe [41] s'intéressent au coefficient optiques de solutions de CTAB, ce coefficient reliant la biréfringence à la contrainte de cisaillement. Ils ont quand même tracé l'évolution de la biréfringence en fonction du gradient de vitesses et ont observé une évolution non linéaire (Figure I.21 a) différente de ce



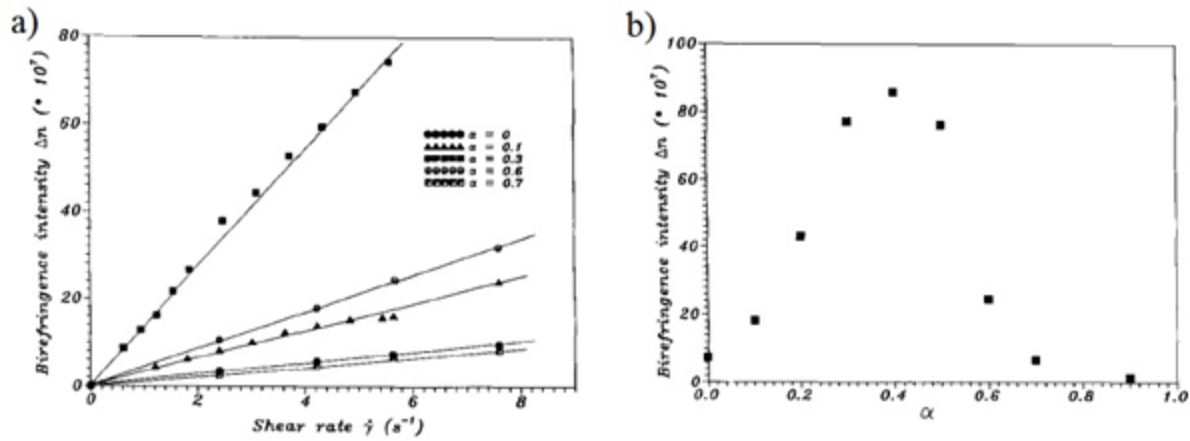


FIGURE I.20 – a) Évolution de la biréfringence en fonction du gradient de vitesses pour différents rapports de concentration molaire ( $[PeOH] / [CTAB]$ ). b) Évolution de la biréfringence en fonction du rapport de concentration pour un gradient de vitesses de  $5,6 s^{-1}$ . Figures issues de [48].

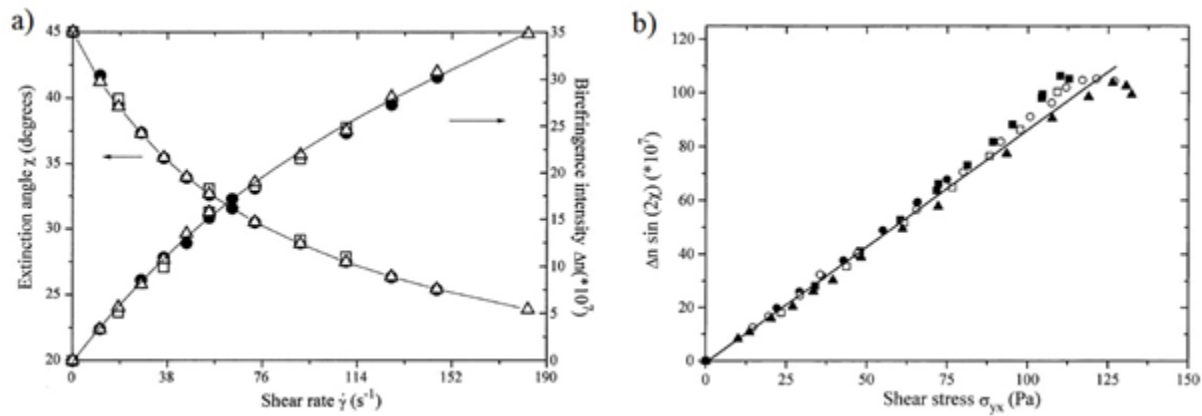


FIGURE I.21 – a) Angle d'extinction et biréfringence en fonction du gradient de vitesses pour une solution de CTAB à  $30^{\circ}C$ . b) Loi optique reliant la biréfringence à la contrainte de cisaillement pour une solution de CTAB à différentes températures comprises entre  $30^{\circ}C$  et  $38^{\circ}C$ . Figures issues de [41].

qui a été observée par Makhloufi *et al.* [48] (Figure I.20 a).

Si on regarde l'échelle de gradient de vitesses étudiée ici [41], on s'aperçoit qu'elle est beaucoup plus étendue que celle pour l'étude de Makhloufi *et al.* [48]. Par conséquent, le fait d'obtenir une évolution linéaire de la biréfringence en fonction du gradient de vitesses dans un cas et pas dans l'autre n'est pas contradictoire. En effet, il se peut très bien que celle-ci croît linéairement avec le gradient de vitesses tant qu'il n'est pas trop important et qu'ensuite, la linéarité soit perdue au profit d'une évolution en loi puissance faisant ainsi penser à l'évolution de la contrainte en fonction du gradient de vitesses. Ceci semble être confirmé par le tracé de l'évolution de la biréfringence en fonction de la contrainte de cisaillement (Figure I.21 b) pour lequel une croissance linéaire est observée. Ceci a d'ailleurs permis à Humbert et Decruppe de définir le coefficient optique de la solution de la CTAB qui correspond à la pente de la droite obtenue.

### I.3 La vélocimétrie par images de particules

La vélocimétrie par images de particules (PIV) est une technique de mesure de champs de vitesses qui est fréquemment utilisée en mécanique des fluides. C'est une méthode optique donc elle présente le grand avantage d'être non-intrusive, à condition que les particules employées ne perturbent pas l'écoulement.

Cette dernière partie du chapitre est articulée autour de deux axes : le principe général de la PIV et son utilisation pour l'étude de fluides non-newtoniens.

#### I.3.1 Le principe de la technique

Le principe de la PIV repose sur la définition de la vitesse (Équation I.43).

$$\vec{V} = \frac{\vec{d}}{t} \quad (\text{I.43})$$

La vitesse ( $\vec{V}$ ) d'un élément fluide est définie comme étant le rapport entre la distance ( $\vec{d}$ ) parcourue et le temps d'enregistrement ( $t$ ). De ce fait, l'idée de la PIV est de prendre de photographies de l'écoulement à différents instants. Pour cela, il faut que le fluide soitensemencé avec des particules diffusantes (traceurs) pour que l'écoulement puisse être visualisé. Le problème majeur est alors de s'assurer que les traceurs ont la même vitesse que le fluide, d'où l'importance du choix des particules. Dans l'idéal, il faudrait que la densité des particules soit identique à celle du fluide pour respecter cette hypothèse [38] et en pratique, on fait en sorte de choisir les particules dont la densité est la plus proche possible de celle du fluide que l'on souhaite étudier.

La réalisation des mesures de PIV nécessite l'utilisation d'une caméra afin d'enregistrer la position des particules à différents instants. De plus, la détection des particules dans le fluide (et pas seulement à sa surface) est grandement facilitée par l'utilisation d'une source lumineuse qui va éclairer intensément une zone de l'écoulement étudié. Cette source lumineuse est généralement obtenue à l'aide d'un laser à double cavités qui va émettre deux flashes lumineux, séparés par un court délai  $\Delta t$  (Figure I.22).

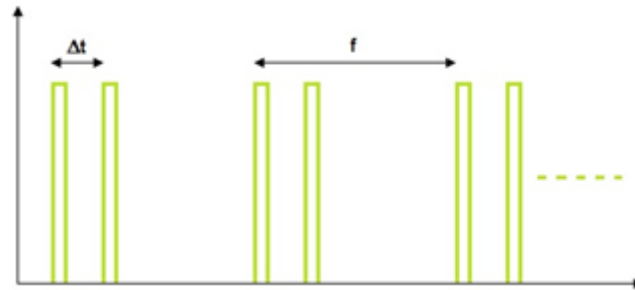


FIGURE I.22 – Chronogramme classique pour des acquisitions de PIV.

En synchronisant la caméra avec les impulsions laser, la position des particules aux instants  $t$  et  $t + \Delta t$  est alors enregistrée. A partir de ces deux images, il est possible de déterminer le déplacement des particules entre ces deux instants. Pour cela, il faut utiliser une fonction de corrélation. Elle s'applique sur des fenêtres d'analyse, appelées fenêtres d'interrogation, qui

servent à découper l'image de départ en "sous-images" de plus petite taille (Figure I.23).

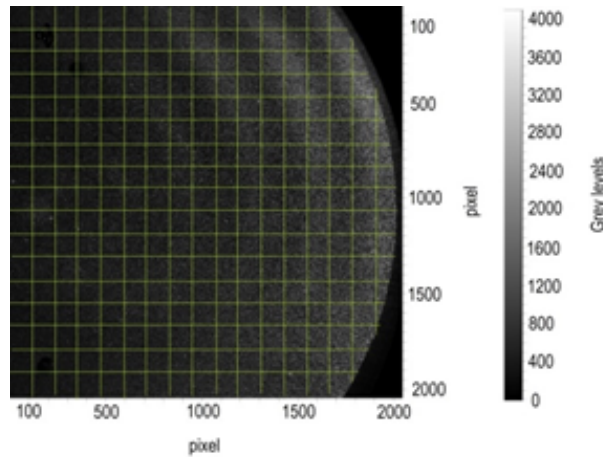


FIGURE I.23 – Exemple d'image de particules enregistrée par la caméra sur laquelle les fenêtres d'interrogation sont matérialisées.

Lorsque la fonction de corrélation utilisée est basée sur des transformées de Fourier rapides, comme c'est le cas dans notre étude, la taille des fenêtres d'interrogation est de  $2^n * 2^n$  pixels [13]. Cette fonction de corrélation compare la distribution d'intensité lumineuse de la fenêtre d'interrogation aux instants  $t$  et  $t + \Delta t$  jusqu'à obtenir un maximum absolu de corrélation (Figure I.24).

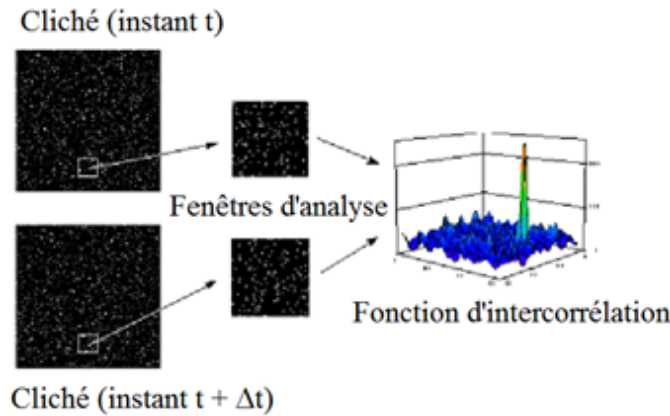


FIGURE I.24 – Fonction d'intercorrélation. Figure issue de [63].

La position de ce maximum par rapport au centre de la zone d'interrogation donne alors le déplacement le plus probable de toute cette zone. Une fois le déplacement déterminé, la vitesse de la fenêtre d'analyse se déduit facilement puisque le temps entre les deux images est connu ( $\Delta t$ ). En appliquant le même calcul à chacune des fenêtres d'interrogation, on obtient alors un champ de vitesses instantané (Figure I.25 a).

Par conséquent, la précision sur le calcul de la vitesse est directement liée à la détection de la position du maximum de corrélation. Dans le but d'améliorer le signal de corrélation (c'est-à-dire que le pic soit plus facilement repérable), il est possible d'utiliser des fenêtres d'interrogation adaptatives. Ceci signifie que les fenêtres peuvent être modifiées (en taille et en forme) pour mieux prendre en compte le sens de l'écoulement. A titre d'exemple, dans un écoulement où la

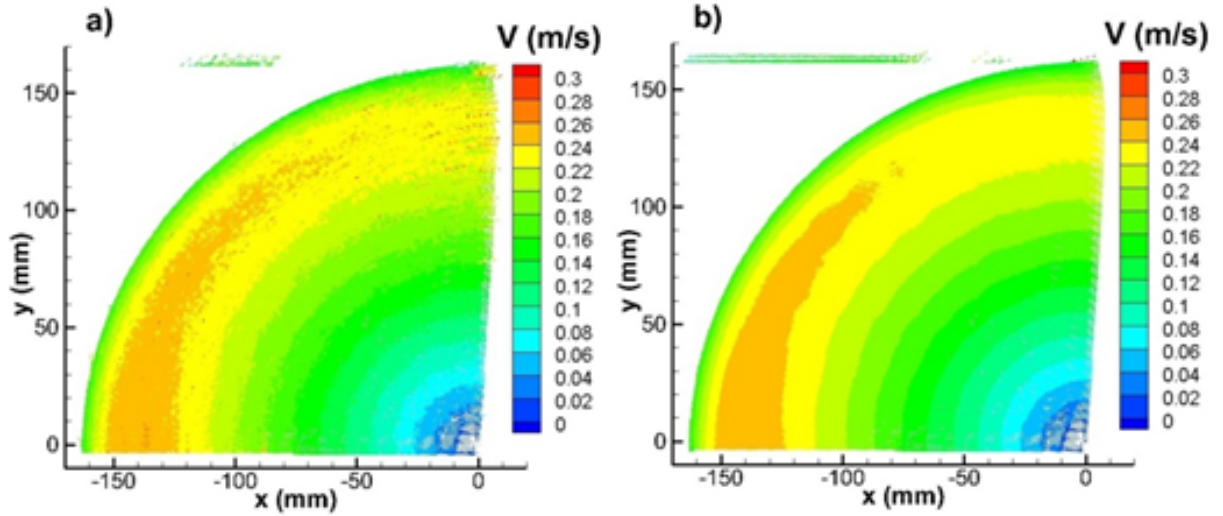


FIGURE I.25 – a) Exemple d'un champ de vitesses instantané pour une suspension de Laponite entre deux plans parallèles. b) Champ moyen obtenu à partir de 100 champs de vitesses instantanés.

vitesse suit des lignes de courant circulaires (Figure I.25), la fenêtre d'interrogation peut prendre en compte le fait que la vitesse est tangentielle et non radiale par l'introduction d'un pondération. De plus, afin de limiter les erreurs de mesure, dans le cas d'un écoulement stationnaire, il est préférable de prendre plusieurs doublets d'images (deux images consécutives) à une fréquence que l'on peut définir (Figure I.22). Ceci permet alors de faire une moyenne temporelle éliminant ainsi d'éventuelles erreurs de mesure. Plus le nombre de doublets est important, meilleure est la moyenne. Toutefois, il faut rester raisonnable et trouver un compromis entre le temps de calcul nécessaire au traitement et le gain apporté par les doublets supplémentaires. Classiquement, l'ordre de grandeur du nombre de doublet d'images à enregistrer est de 500 à 1000 doublets d'images. Si on applique cette moyenne temporelle à notre exemple, nous obtenons un champ de vitesses moyen (Figure I.25 b) qui est plus régulier qu'un champ de vitesses instantané (Figure I.25 a).

### I.3.2 L'application à des fluides non-newtoniens

Nous présentons maintenant des études menées sur des fluides non-newtoniens en utilisant la PIV. A la fin de cette partie, nous présentons une étude qui couple des mesures de PIV et de rhéométrie classique ainsi que deux études où la PIV est couplée avec des mesures de biréfringence.

Krause *et al.* [44] ont étudié le processus de gélification d'une solution d'alcool en introduisant des particules de  $\text{BaTiO}_3$  (Titane de baryum) pour pouvoir utiliser la PIV. Le suivi de l'évolution des particules dans la solution qui est mixée (pour se transformer en gel), au cours du temps, permet de détecter le processus de gélification. En effet, lorsqu'il y a gélification, la vitesse maximale de déplacement des particules décroît linéairement avec le temps. La détermination de la régression linéaire permet de déterminer le temps après lequel la solution s'est complètement transformée en gel.

Une autre étude menée par Dimitriou *et al.* [23] portant sur une solution de micelle (cetylpyridinium chloride) sous un cisaillement constant dans une géométrie cône-plateau a été réalisée. Les

mesures de PIV leur ont permis de visualiser des bandes de cisaillement ainsi que des variations spatio-temporelles dans la structure de ces bandes.

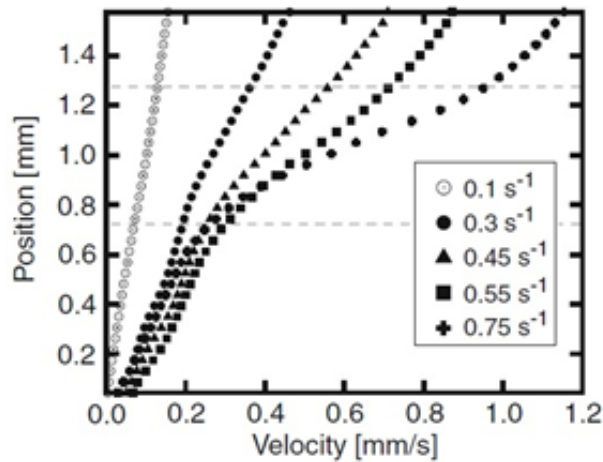


FIGURE I.26 – Profils de vitesses obtenus par PIV pour la solution de micelle pour des cisaillements constants allant de  $0,1 \text{ s}^{-1}$  à  $0,75 \text{ s}^{-1}$ . Figure issue de [23].

La réalisation de mesures à différents cisaillements (Figure I.26) met en évidence que pour le plus faible gradient de vitesses, le profil est linéaire. Puis, cette linéarité est perdue au profit d'un profil découpé en trois bandes avec une région centrale où le cisaillement est augmenté pour des gradients de vitesses plus élevés. De plus, après avoir testé différentes méthodes pour éviter le glissement à la paroi, comme le fait de rajouter un film sur les surfaces de la géométrie, a un effet qu'ils ont été capables de mesurer sur la stabilité des limites de la bande de cisaillement.

Dans un autre domaine, Hadri *et al.* [37] se sont intéressés au réducteur de traînée qui se présente sous la forme d'une solution de tensio-actifs : le CTAC-NaSal (cetyltrimethyl ammonium chloride - sodium salicylate). Ils ont alors essayé de comprendre pourquoi cette solution est un réducteur de traînée. Pour cela, ils ont réalisé des mesures de PIV dans une géométrie de Couette en entrefer large en pensant que du glissement à la paroi pouvait être l'explication qu'ils cherchaient.

Lors de leur première mesure (Figure I.27 a), ils ont obtenu une vitesse tangentielle adimensionnée qui est très inférieure à 1 au niveau du rotor et légèrement supérieur à 0 au niveau du stator. Ils ont alors logiquement interprété cela comme du glissement à la paroi. Cependant, en réalisant les mesures avec un autre fluide (eau) pour lequel ils savaient qu'il n'y a pas de glissement, ils ont obtenu le même type de résultats (même si c'était moins prononcé). Ceci les a amenés à la conclusion qu'il devait y avoir un problème au niveau des acquisitions qu'ils ont identifié comme venant du fort gradient de vitesses présent au niveau des parois. Ils ont alors recommencé les mesures en affinant le maillage près des parois (Figure I.27 b et c). Ces nouveaux résultats montrent alors que même avec la solution de tensio-actifs, il n'y a pas de glissement à la paroi. Par conséquent, le fait que le tensio-actif étudié soit un réducteur de traînée n'est pas dû à la présence d'un glissement à la paroi. Bien que leurs résultats ne les aient pas fait avancer dans leur problématique, ils mettent en évidence une précaution importante à prendre pour la réalisation des mesures de PIV : le maillage sur lequel sont réalisées les mesures doit prendre en compte les effets d'un fort gradient de vitesses, sous peine de se tromper dans l'interprétation des résultats.

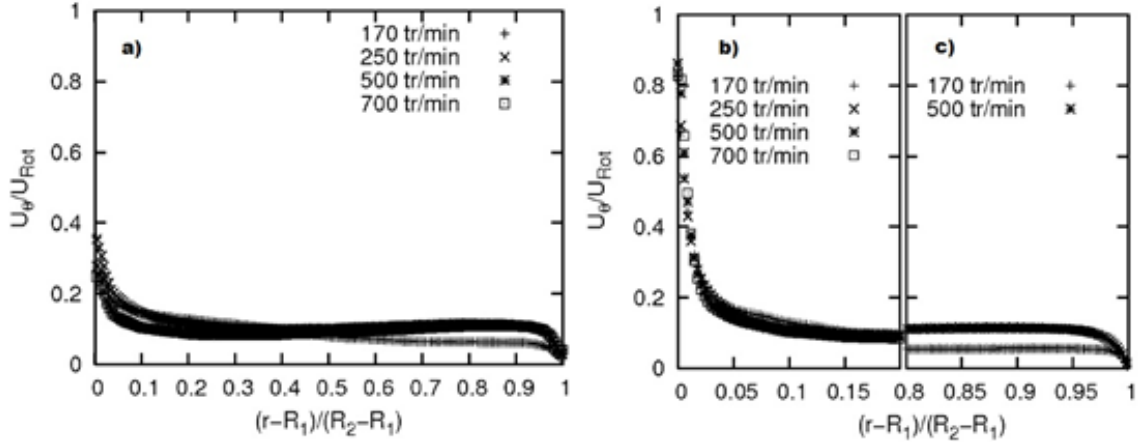


FIGURE I.27 – Profils de vitesse tangentielle moyenne ( $U_\theta$ ) adimensionnée par la vitesse de rotation du rotor ( $U_{Rot}$ ) pour une solution aqueuse de CTACT-NaSal, a) lors d’une première série de mesure et après un affinage des mesures, b) près du rotor et c) près du stator. Figures issues de [37].

Continuons de considérer le glissement à la paroi. Degré *et al.* [22] ont étudié l’écoulement de polymères (qui sont des fluides rhéofluidifiants) dans un micro-canal. L’utilisation de la PIV leur a permis de tracer les profils de vitesses sur toute la hauteur du canal. Ainsi, ils ont directement été capables de visualiser les hétérogénéités dans le fluide sans oublier bien sûr le glissement à la paroi.

Une autre étude menée récemment par Pérez-González *et al.* [75] a consisté à coupler des mesures de rhéométrie et des mesures de PIV pour l’étude d’un fluide à seuil dans un capillaire dans lequel il y a aussi du glissement à la paroi. Le fluide étudié est un gel de Carbopol à 0,2% en masse. L’utilisation d’un rhéomètre à contrainte imposée a permis de déterminer la contrainte seuil du fluide. En parallèle, les mesures de PIV ont permis de distinguer trois cinématiques différentes : un écoulement purement solide (dû au glissement au niveau des parois), une transition entre le solide et le liquide et enfin un écoulement fluide. Ils ont aussi remarqué que la présence de la zone de transition complique la détermination de la contrainte seuil. Toutefois, cette difficulté a été dépassée en couplant les profils de vitesse et les contraintes mesurées à la paroi. C’est ainsi qu’ils ont finalement pu voir que la vitesse de glissement augmente suivant une loi puissance en fonction de la contrainte.

Nous allons maintenant voir le cas d’un couplage de la PIV avec des mesures de biréfringence (comme ce que nous souhaitons faire dans cette étude). Au début des années 2000, Funfschilling et Li [28] ont apporté de nouvelles connaissances sur l’écoulement des fluides non-newtoniens autour de bulles en combinant ces deux techniques de mesure. En effet, en utilisant la PIV, ils ont pu déterminer le champ de vitesses dans des solutions de polyacrylamide autour de bulles montantes (Figure I.28).

Ce champ d’écoulement montre pour la première fois la coexistence de trois zones distinctes :

- un écoulement central descendant derrière la bulle (sillage négatif),
- un flux ascendant conique qui entoure la zone de sillage négatif,
- un écoulement ascendant devant la bulle.





FIGURE I.28 – Schématisation du champ d'écoulement autour d'une bulle dans un fluide non-newtonien viscoélastique. Figure issue de [28].

D'un autre côté, l'utilisation de la biréfringence leur a permis de visualiser la répartition de contrainte autour de la bulle (Figure I.29).

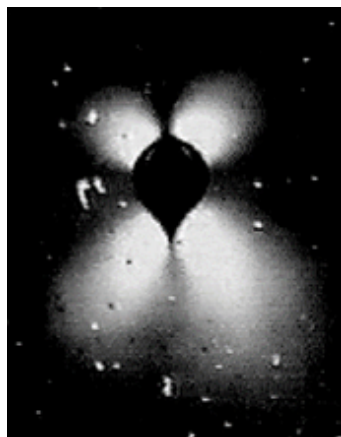


FIGURE I.29 – Visualisation de la répartition spatiale des contraintes autour d'une bulle montant dans une solution d'hydroxypropylcellulose grâce à des mesures de biréfringence. Figure issue de [28].

On observe alors une distribution en forme de papillon des contraintes de cisaillement (zones blanches). En aval de la bulle, l'existence de contraintes axisymétriques est due à la compression du fluide. En amont, on observe des contraintes résiduelles engendrées par le cisaillement entre l'écoulement ascendant et le sillage négatif. Les zones noires sont dues à l'extinction de la lumière polarisée en l'absence de contraintes.

Des résultats similaires ont été obtenus une décennie plus tard par Gueslin *et al.* [36] pour l'étude d'une suspension de Laponite dans laquelle chute une sphère. Là encore, les deux techniques utilisées sont la PIV (pour l'obtention des champs de vitesses) et la mesure de biréfringence (pour l'orientation des particules). Dans un premier temps, ils ont montré que la vitesse de chute de la sphère dans la suspension de Laponite décroît avec l'âge de la suspension sans atteindre une vitesse constante. En effet, cette suspension est un fluide viscoplastique thixotrope qui se structure au cours du temps. Par conséquent, sa viscosité apparente augmente avec sont

temps de maturation. Ceci explique pourquoi la vitesse de chute de la sphère diminue pour des suspensions plus âgées. Le champ de vitesses autour de la sphère obtenu par PIV (Figure I.30) pour différents temps de vieillissement présente une asymétrie entre l'amont et l'aval de la sphère.

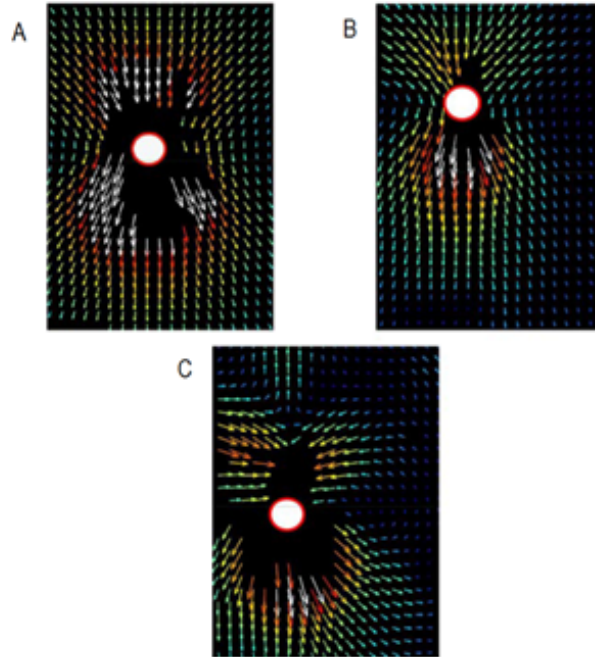


FIGURE I.30 – Champ de vitesses autour de la sphère pour différents temps de vieillissement ( $t_a$ ), la couleur et la taille des flèches dépendent de l'amplitude de la vitesse. A)  $t_a = 30$  minutes et  $V_0 = 7$  mm/s, B)  $t_a = 80$  minutes et  $V_0 = 0,15$  mm/s, C)  $t_a = 120$  minutes et  $V_0 = 0,07$  mm/s. Figure issue de [36].

L'asymétrie des champs de vitesses s'explique par la plus forte diminution de vitesse du fluide dans le sillage de la sphère qu'au niveau de son front. De plus, elle est de plus en plus marquée avec l'âge de la suspension et on peut même voir apparaître un sillage négatif pour des temps de vieillissement suffisamment longs, comme ce qui a pu être observé par Funfschilling et Li [28]. Cette asymétrie est aussi visualisable à partir des mesures de biréfringence (Figure I.31).

Ces mesures montrent que le passage de la sphère cause une orientation des structures formées par les particules de Laponite. Cet effet est encore visible loin derrière la sphère. Ces observations sont aussi en accord avec ce qui a été vu par Funfschilling et Li [28] avec toutefois une asymétrie plus prononcée et couvrant une plus grande zone autour de la sphère.

## I.4 Conclusion

Nous avons pu voir dans ce premier chapitre qu'il existe des fluides aux comportements rhéologiques divers et variés. Or, dans les mesures classiques de rhéométrie, les mêmes hypothèses simplificatrices sont faites quel que soit le fluide à étudier. Il apparaît alors évident que ceci n'est pas satisfaisant. Par conséquent, de nouvelles approches doivent être envisagées pour obtenir des informations sur les propriétés rhéologiques non plus d'un point de vue global mais à une échelle locale.



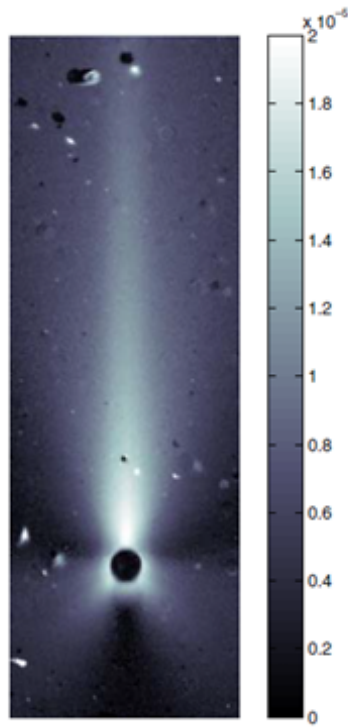


FIGURE I.31 – Biréfringence mesurée autour de la sphère. L'image est prise pour un temps de vieillissement de 45 minutes. Le diamètre de la sphère est de 1 mm. Figure issue de [36].

Nous avons présenté ici différentes méthodes locales ainsi que quelques études menées sur des fluides non-newtoniens à l'aide de ces techniques. Dans le cadre de ce travail, nous souhaitons étudier des solutions de Milling Yellow et des suspensions de Laponite. Ces deux fluides sont transparents, ce qui permet de réaliser des mesures de PIV pour déterminer des champs de vitesses associés à nos fluides en écoulement dans une géométrie plan-plan. De plus, ils sont aussi biréfringents. Nous allons donc pouvoir utiliser la photoélasticimétrie pour remonter au champ de contraintes au sein des fluides, que ce soit dans la géométrie à cylindres coaxiaux, ou dans la géométrie plan-plan.

## Chapitre II

### Les matériaux

Ce deuxième chapitre est consacré aux matériaux étudiés. Il est divisé en deux parties : la première partie concerne les solutions de Milling Yellow et la seconde concerne les suspensions de Laponite.

Les deux parties sont construites de la même manière. Dans un premier temps, nous faisons l'état des connaissances acquises à ce jour sur les fluides concernés. Puis, dans un second temps, la préparation des fluides est détaillée. Enfin, nous étudions leur comportement rhéologique.



## II.1 Les solutions de Milling Yellow

Afin de valider notre montage expérimental et la démarche d'analyse, nous cherchons pour débiter notre étude, un fluide présentant de préférence un comportement newtonien dont les propriétés sont constantes dans le temps. Outre un comportement rhéologique relativement simple et facilement identifiable, ce fluide doit surtout avoir des propriétés optiques spécifiques, c'est-à-dire qu'il doit être biréfringent et suffisamment translucide pour permettre des mesures optiques. Le fluide que nous avons choisi est une solution d'alphanogelb, colorant utilisé dans l'industrie textile et commercialisé sous le nom de Milling Yellow ou acide jaune.

### II.1.1 Les connaissances et propriétés des solutions de Milling Yellow

De nombreuses études ont été menées sur le Milling Yellow depuis le milieu du 20<sup>ème</sup> siècle jusqu'au début des années 90. En 1969, Swanson *et al.* [90] décrivent les propriétés des solutions de Milling Yellow. Cet article fournit la structure moléculaire du Milling Yellow ainsi que son poids moléculaire qui est de 792 g/mol. On y apprend également que ces solutions sont homogènes, mono-disperses et composées de précipités de colloïdes cristallins. Il précise aussi que les solutions de Milling Yellow sont, pour un gradient de déformations et une concentration donnés, plus biréfringentes que d'autres substances comme les suspensions de bentonite ou des polymères. Les solutions à faible concentration sont instables chimiquement, c'est pourquoi il vaut mieux s'intéresser à des concentrations supérieures à 0,6% en masse. En plus de cela, les solutions à faibles concentrations ne sont plus biréfringentes. Les solutions sont également sensibles à la température. En effet, la viscosité et la biréfringence augmentent rapidement quand la température diminue mais des effets de cristallisation et de précipitation peuvent apparaître pour des concentrations supérieures à 2%.

D'un point de vue rhéologique, les solutions de Milling Yellow suivent une loi de Cross avec deux plateaux newtoniens [51], l'un pour les faibles vitesses de cisaillement et l'autre pour des vitesses plus importantes. Ce type de comportement est observé pour de fortes et moyennes concentrations. Au contraire, pour de faibles concentrations, les solutions de Milling Yellow sont newtoniennes.

A la fin des années 70, Pindera *et al.* [71] ont mené une étude sur la réponse photoélasticimétrique de l'écoulement d'une solution aqueuse de Milling Yellow dans une conduite. La solution étudiée semble présenter les différents mécanismes de biréfringence (de forme, d'orientation et de contrainte). Ils ont mis en évidence que la biréfringence d'écoulement ne peut pas être expliquée et décrite par un modèle simple qui relie les composantes du tenseur diélectrique aux composantes des tenseurs de contraintes et de déformations (ou de leurs dérivées) en négligeant l'influence de la fréquence spectrale, c'est-à-dire de la longueur d'onde de l'excitation (Figure II.1).

De plus, ils ont aussi montré qu'il existe une relation entre :

- les bandes d'absorption,
- la transmission maximale,
- la dispersion de la biréfringence,
- la dépendance spectrale de la direction des axes optiques,
- la plage linéaire de la réponse optique de la solution.

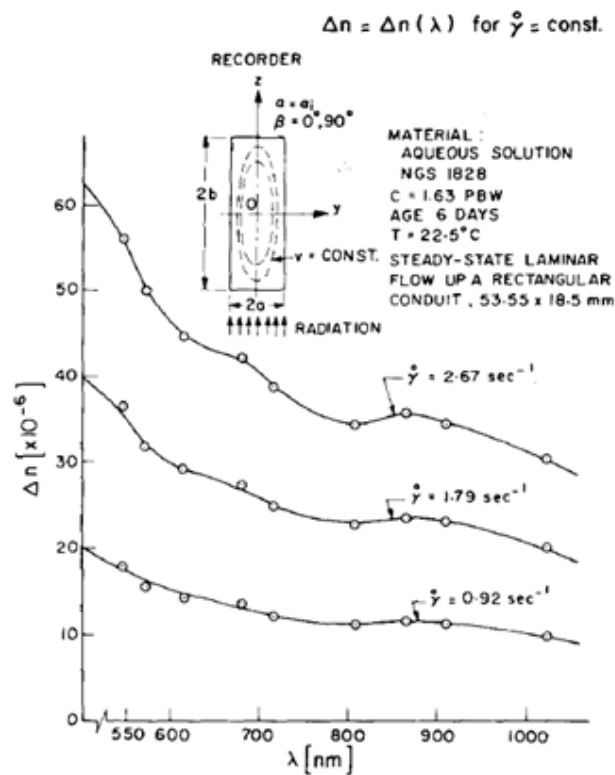


FIGURE II.1 – Dépendance de la biréfringence ( $\Delta n$ ) en fonction de la longueur d'onde de l'excitation ( $\lambda$ ) pour trois valeurs du gradient de vitesses ( $\dot{\gamma} = 0,92 \text{ s}^{-1}$ ,  $\dot{\gamma} = 1,79 \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\gamma} = 2,67 \text{ s}^{-1}$ ). Figure issue de [71].

En considérant l'évolution de la biréfringence en fonction du gradient de vitesses, ils ont alors remarqué que la variation de biréfringence est minimum pour la plus grande plage linéaire de biréfringence du moment que l'on se trouve dans la bande de transmission maximale et dans la plage linéaire de la réponse mécanique de la solution. L'une des conclusions de cet article [71] est que pour optimiser l'étude de la biréfringence d'écoulement pour les solutions de Milling Yellow, il faut choisir une excitation qui soit dans le proche infrarouge.

Quelques années plus tard, Krishnamurthy et Pindera [45] ont utilisé une technique basée sur la diffusion de la lumière pour étudier le cas d'un écoulement de cisaillement simple pour une solution de Milling Yellow (Figure II.2). Comme ce qu'avait pu faire Weller [97], ils ont utilisé le phénomène de diffusion à la place de l'analyseur. Ils se sont intéressés à l'influence de la polarisation du faisceau sur les franges de lumière diffusée qui peuvent être observées. En réalisant la même mesure pour différentes polarisations du faisceau (linéaire, circulaire ou aléatoire), ils ont pu montrer que pour cette solution, il est possible d'obtenir les mêmes franges de lumière diffusée indépendamment de la polarisation du faisceau. Leur expérience montre simplement que la réponse optique de la solution de Milling Yellow dépend uniquement du cisaillement qu'elle subit et non pas de la source lumineuse utilisée, ce qui autorise une comparaison des résultats obtenus dans différentes conditions.

Étant donné que les paramètres physiques qui caractérisent les solutions de Milling Yellow sont fortement dépendants de la température et de la concentration [90, 51, 71], ces solutions peuvent servir de fluides modèles dans des domaines où l'ajustement de la viscosité est primordial comme

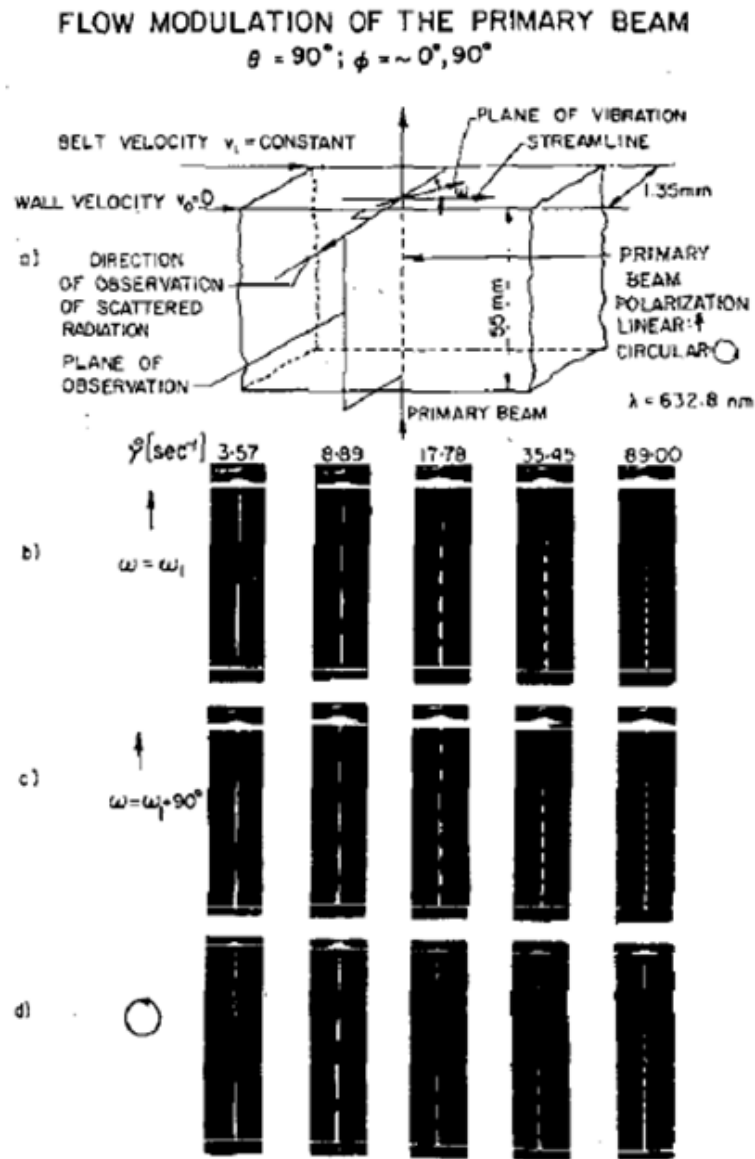


FIGURE II.2 – Exemples caractéristiques de modulation de faisceau indiquée par la distribution d'intensité enregistrée du faisceau diffusé sélectionné. Figure issue de [45].

dans le domaine médical.

Rankin *et al.* [80] s'en sont servis pour comprendre l'écoulement du sang dans les artères. Ils ont réalisé des moules d'artères humaines et ont ajusté la concentration des solutions de Milling Yellow pour se rapprocher le plus possible du comportement du sang. Ils ont alors pu étudier, à l'aide des propriétés de biréfringence des solutions, l'écoulement dans les artères. Ils ont ainsi pu détecter des régions de séparation d'écoulement et des configurations d'écoulement secondaire. L'avantage de l'analyse de la biréfringence d'écoulement est que l'ensemble du champ d'écoulement peut être observé contrairement à d'autres techniques de visualisation qui ne permettent l'observation de l'écoulement qu'à proximité des particules en suspension dans le fluide. Si c'est un avantage, cela peut aussi devenir un inconvénient. En effet, la visualisation d'un écoulement en trois dimensions complique l'image à analyser et rend difficile l'interprétation de certaines caractéristiques de l'écoulement. C'est un inconvénient qui pourrait être dépassé avec

une technologie plus développée que celle dont les auteurs disposaient à la fin des années 80. Les nouvelles technologies permettent en effet d'avoir accès à des informations locales à partir d'une mesure de champ global.

Après cela, les solutions de Milling Yellow n'ont plus été utilisées pendant une vingtaine d'années pour des raisons de sécurité et de santé [87]. En effet, les vapeurs dégagées pendant la préparation des solutions sont nocives, ce qui nécessite de prendre quelques précautions (gants, masque de protection, lunettes de protection) afin de s'assurer de réaliser les préparations en toute sécurité.

### II.1.2 La préparation des solutions de Milling Yellow

La préparation d'une solution de Milling Yellow est plutôt simple mais minutieuse. Des études précédentes [90, 57] précisent un mode opératoire sur lequel nous nous sommes appuyés. Il y a quatre étapes à respecter :

- la préparation d'une solution mère.

Cette préparation se fait à température ambiante en délayant la poudre de Milling Yellow (d'une couleur jaune vif) avec un peu d'eau osmosée pour obtenir une pâte.

- la dilution de la solution mère.

Cette deuxième étape se réalise à chaud. On dilue la solution mère avec de l'eau osmosée pour obtenir la concentration souhaitée, en n'oubliant pas de rajouter 15% d'eau supplémentaire pour tenir compte de l'évaporation. La concentration finale de la solution peut être obtenue en faisant évaporer une masse connue de solution. Pour des grandes quantités (de l'ordre du litre de solution), le mélange se fait manuellement avec un fouet alors que pour des petites quantités, il se fait avec un agitateur magnétique. La solution doit être mélangée jusqu'à ce que la couleur passe du jaune à un orangé.

- la filtration de la solution.

Afin d'assurer la stabilité de la solution, d'éviter l'apparition de moisissures et de la cristallisation, celle-ci doit être filtrée. LA filtration s'effectue sous vide pendant que la solution est encore tiède. Cette opération est réalisée avec des préfiltres Millipores de 2  $\mu\text{m}$  et des filtres de 0,22  $\mu\text{m}$ .

- l'addition de produits complémentaires.

Nous décidons ensuite d'ajouter du glucose aqueux à nos solutions de Milling Yellow pour en augmenter la viscosité et essayer d'étendre le plateau newtonien aux faibles vitesses de cisaillement.

Les concentrations données dans le tableau ci-dessous (Tableau II.1) correspondent aux concentrations initiales (donc avant l'étape de filtration) des solutions préparées. Toutes ces concentrations correspondent à la masse de produit sec (Milling Yellow ou glucose) rapportée à la masse totale de la solution.

Remarque : Il se peut qu'après la filtration, ces concentrations aient changé. Toutefois, nous ne pouvons pas déterminer les concentrations exactes des solutions finales, la masse solide obtenue après filtration correspondant à la masse de Milling Yellow et de glucose.

	Dénomination	Concentration massique en Milling Yellow (%)	Concentration massique en glucose (%)	Concentration massique en eau (%)
Solutions pures	P1	0,7	0	99,3
	P2	1	0	99
	P3	1,1	0	98,9
	P4	1,3	0	98,7
Solutions avec du glucose aqueux	G1	0,79	10,58	88,63
	G2	0,73	12,34	86,93

TABLE II.1 – Préparation des solutions de Milling Yellow.

Dans la suite de ce manuscrit, les solutions considérées seront appelées par leur dénomination (Tableau II.1) : P1, P2, P3, P4 pour les solutions pures et G1, G2 pour les solutions avec du glucose aqueux.

### II.1.3 La caractérisation rhéométrique des solutions

Nous allons maintenant caractériser les solutions ainsi préparées. Pour ce faire, nous utilisons un rhéomètre à contrainte imposée : le Gemini (Malvern Bohlin). Suivant le fluide étudié, nous utilisons soit une géométrie à cylindres coaxiaux, soit une géométrie cône-plateau, les deux étant sablées. Nous précisons au cas par cas la géométrie utilisée ainsi que le protocole de mesure.

#### II.1.3.1 Les solutions pures

Nous étudions dans un premier temps les solutions pures de Milling Yellow. Nous disposons de quatre solutions à différentes concentrations (P1, P2, P3 et P4) que nous caractérisons en utilisant une géométrie à cylindres coaxiaux. Le protocole de mesure consiste à appliquer des paliers à cisaillement constant allant de  $1 \text{ s}^{-1}$  à  $300 \text{ s}^{-1}$  avec une répartition linéaire des points de mesure pour la solution P1 et de  $0,1 \text{ s}^{-1}$  à  $300 \text{ s}^{-1}$  avec une répartition logarithmique des points de mesure pour les trois autres solutions (Figure II.3 a). Chaque palier a une durée de 40 s correspondant à un temps d'établissement de 10 s et un temps d'intégration de 30 s. Afin de pouvoir comparer les solutions, nous traçons sur un même graphique (Figure II.3 b) l'évolution de la viscosité apparente en fonction du gradient de vitesses pour chacune de ces solutions.

Commençons par considérer le cas de la solution P1. L'évolution de la viscosité apparente que nous obtenons pour cette solution est différente des autres. Cependant, le résultat obtenu n'est pas représentatif du comportement de la solution. En effet, pour le premier point (à  $1 \text{ s}^{-1}$ ), la viscosité apparente mesurée est inférieure à  $0,001 \text{ Pa.s}$  (viscosité de l'eau) ce qui n'est pas cohérent. Cette incohérence peut être expliquée par une mauvaise résolution en couple de l'appareil pour ce taux de cisaillement avec ce fluide. Les trois points suivants ne présentent pas de problèmes particuliers mais ils ne nous sont pas très utiles puisqu'on ne peut pas déduire un comportement avec aussi peu de points de mesure. Quant aux derniers points, ils sont révélateurs de la présence d'instabilités dans l'écoulement (Chapitre I). Effectivement, tous les nombres de Taylor calculés pour ces points sont supérieurs au nombre de Taylor critique défini par Dou *et al.* [24], ce qui cause cette apparente augmentation de viscosité pour les vitesses de cisaillement élevées. A défaut d'avoir pour obtenir le comportement rhéologique de notre première solution de Milling Yellow, cet essai permet de mettre en avant quelques problèmes de mesures comme la résolution en couple du rhéomètre et les instabilités de type Taylor-Couette dans l'écoulement.



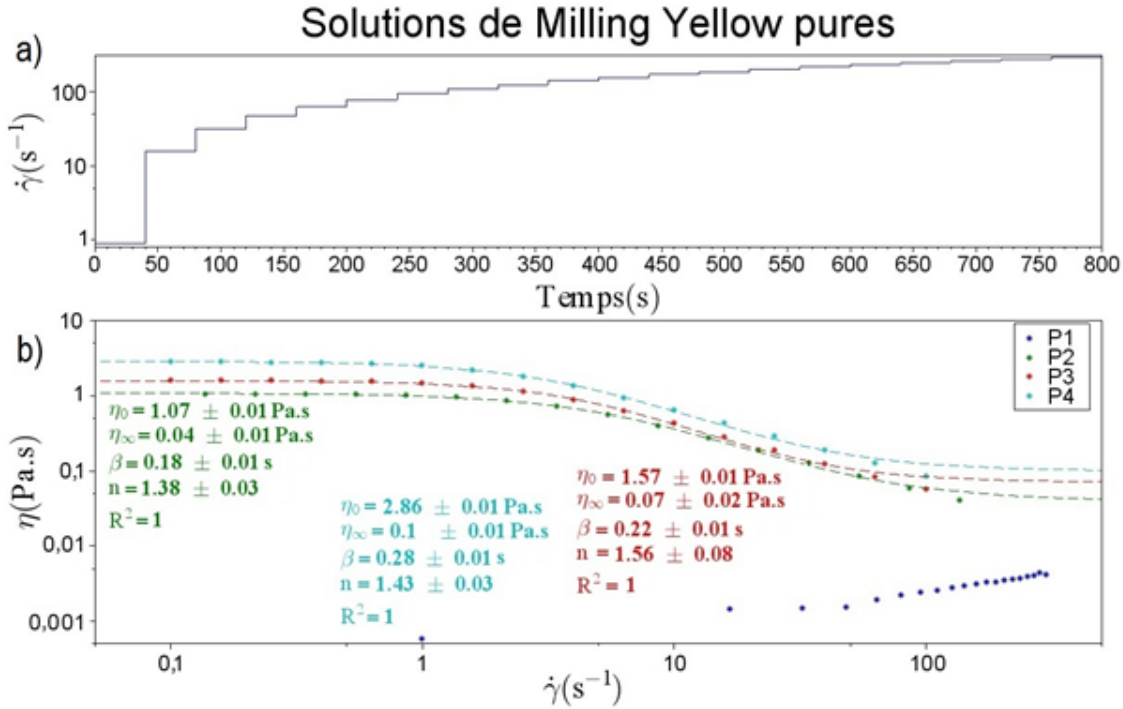


FIGURE II.3 – a) Protocole de mesure. b) Évolution de la viscosité apparente en fonction du gradient de vitesses pour les solutions pures de Milling Yellow à différentes concentrations.

Si nous nous intéressons maintenant aux autres solutions (P2, P3 et P4), nous constatons que toutes les courbes suivent la même tendance. Comme McAfee *et al.* [51] l'ont montré, le comportement des solutions de Milling Yellow peut être modélisé par une loi de Cross (Équation I.11) que nous rappelons ici.

$$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{1 + (\beta \dot{\gamma})^n}$$

Dans cette équation, il y a quatre paramètres qui dépendent du fluide étudié :

- $\eta_0$  qui est la viscosité aux faibles vitesses de cisaillement,
- $\eta_\infty$  qui est la viscosité aux vitesses de cisaillement élevées,
- $\beta$  qui est un temps caractéristique,
- $n$  qui est l'indice de viscosité.

Nous nous intéressons ici principalement à la viscosité aux faibles vitesses de cisaillement ( $\eta_0$ ) car nous souhaitons utiliser par la suite (Chapitre V) ce fluide dans une grande cellule de cisaillement. Il nous faut alors un fluide avec un comportement newtonien, biréfringent, peu diffusant et avec une viscosité de l'ordre de 1 Pa.s sur une plage de gradient de vitesses la plus grande possible.

En appliquant la loi de Cross sur nos données, nous obtenons pour la solution P2 une viscosité apparente aux faibles cisaillements  $\eta_0 = 1,07 \pm 0,01$  Pa.s. Pour la solution P3, la viscosité apparente obtenue est de  $\eta_0 = 1,57 \pm 0,01$  Pa.s et pour la quatrième solution (P4), la viscosité aux faibles vitesses de cisaillement est  $\eta_0 = 2,86 \pm 0,01$  Pa.s. On a alors une croissance expo-

nentielle de la viscosité avec la concentration en Milling Yellow de la solution (Figure II.4). De plus, nous pouvons vérifier à l'aide de ces trois solutions que le comportement est newtonien pour les faibles cisaillements et rhéofluidifiant pour les cisaillements plus importants.

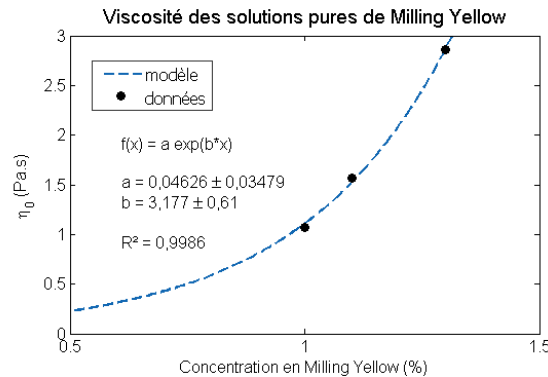


FIGURE II.4 – Évolution de la viscosité aux faibles vitesses de cisaillement en fonction de la concentration en Milling Yellow de la solution pour les trois solutions pures les plus concentrées.

Sur nos cinq critères de choix (le comportement rhéologique simple, la biréfringence, la faible diffusivité, la viscosité apparente de l'ordre de 1 Pa.s et la plage de gradients de vitesses), quatre sont respectés par les trois solutions (P2, P3, P4). Le seul critère qui risque de poser problème est la faible diffusivité. En effet, les solutions les plus concentrées (P3 et P4) sont trop opaques et trop diffusantes pour permettre des mesures optiques. De plus, leur propriété de biréfringence sont trop marquées pour que des mesures de densité de franges puissent être réalisées avec notre dispositif expérimental. Au vu de ces observations, notre choix se porte donc logiquement sur la solution P2.

Toutefois, la solution P1 peut être intéressante car elle est moins diffusante que la solution P2, à condition de trouver une solution pour augmenter sa viscosité apparente et ainsi éviter l'apparition d'instabilités lors de l'écoulement. De plus, étant que la solution P2 possède déjà de bonnes caractéristiques, nous pouvons essayer d'étendre la plage newtonienne de son comportement aux faibles gradients de vitesses par un ajout de glucose aqueux dans la solution.

### II.1.3.2 Les solutions avec un ajout de glucose aqueux

Nous décidons d'ajouter du glucose aqueux à nos solutions pures de Milling Yellow afin d'en augmenter la viscosité. Or quand la viscosité du fluide est augmentée, son temps de relaxation l'est aussi et par conséquent, la taille du plateau newtonien aux faibles vitesses de cisaillement est diminuée. Il faut donc que l'on trouve un compromis entre augmentation de viscosité et diminution de la plage de gradient de vitesses pour le plateau newtonien aux faibles cisaillements.

Nous avons deux solutions à tester (G1, G2) pour lesquelles nous utilisons une géométrie cône-plateau. En effet, l'ajout de glucose aqueux dans la solution de Milling Yellow conduit à des viscosités apparentes beaucoup plus importantes, ce qui ne nous a pas permis de mettre les solutions en place dans la géométrie à cylindres coaxiaux. Le protocole de mesure consiste à appliquer des paliers de cisaillement décroissants (Figure II.5 a) de 90 secondes (60 s d'établissement et 30 s d'intégration) allant de  $140 \text{ s}^{-1}$  à  $0,01 \text{ s}^{-1}$  pour la solution G1. Le protocole pour l'autre solution est différent du fait de la forte viscosité apparente de la solution. C'est un essai en contrainte imposée de 150 Pa à 1,5 Pa, chaque palier durant 90 secondes (là aussi il y

a 60 s d'établissement et 30 s d'intégration). L'évolution de la viscosité apparente en fonction du gradient de vitesses pour les deux solutions peut être tracée (Figure II.5 b).

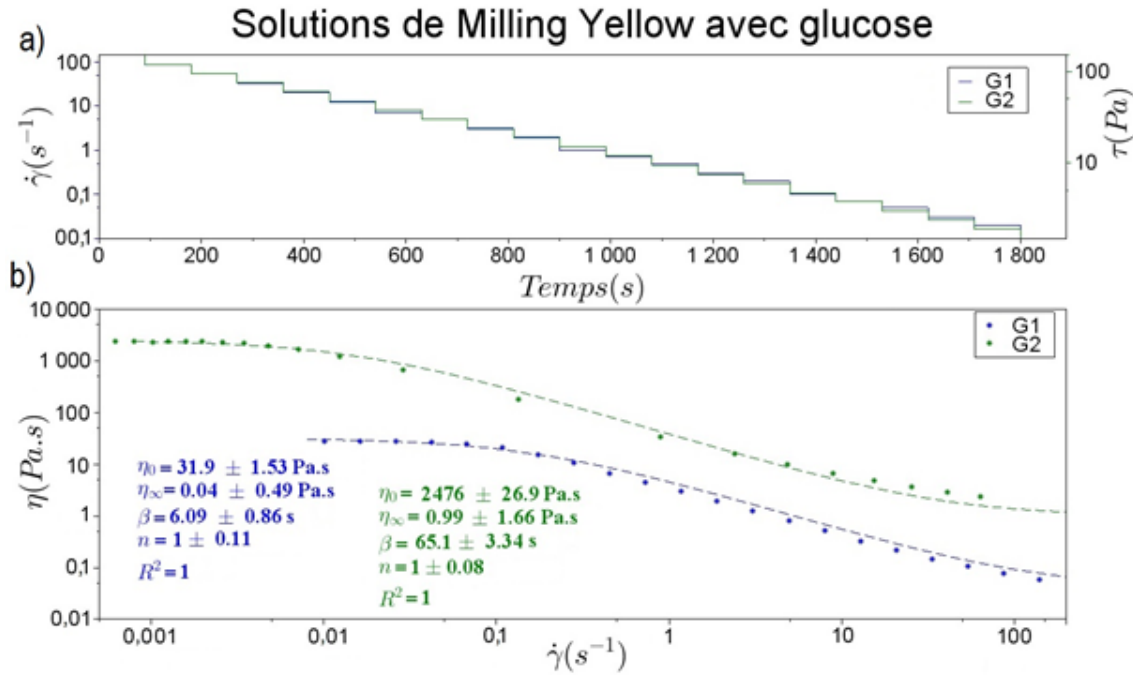


FIGURE II.5 – a) Protocole de mesure. b) Évolution de la viscosité apparente en fonction du gradient de vitesses pour les solutions de Milling Yellow avec un ajout de glucose aqueux.

En observant les résultats obtenus pour les deux solutions, nous constatons que les viscosités apparentes ont alors considérablement augmentées. En appliquant ici aussi une loi de Cross (Équation I.11) à nos données, nous obtenons une viscosité apparente  $\eta_0 = 31,90 \pm 1,53$  Pa.s pour la solution G1 et  $\eta_0 = 2476 \pm 27$  Pa.s pour la solution G2.

De plus, la limite entre la zone newtonienne et la zone de rhéofluidification évolue avec la concentration en glucose de la solution. En augmentant cette concentration, la limite entre les deux zones se déplace vers des gradients de vitesses plus faibles, à tel point que l'on perd une décade en gradient de vitesses quand on gagne deux décades en viscosité (Tableau II.2). Ceci est aussi confirmé par les résultats pour les solutions pures.

	Viscosité aux faibles cisaillements (Pa.s)	Limite entre zone newtonienne et de rhéofluidification (s <sup>-1</sup> )
Solution P2	1,07	1
Solution G1	31,9	0,1
Solution G2	2476	0,01

TABLE II.2 – Préparation des solutions de Milling Yellow.

A la vue de ces résultats, le glucose aqueux ne semble pas être le choix le plus judicieux pour modifier les propriétés rhéologiques des solutions pures de Milling Yellow afin d'obtenir le comportement souhaité pour la suite de l'étude.

### II.1.4 Conclusion

Comme nous l'avons vu plus haut dans ce chapitre, la loi de comportement des solutions de Milling Yellow peut être décrite avec une loi de Cross. Cette loi fait apparaître trois zones de viscosité apparente : une première zone avec un plateau de viscosité aux faibles gradients de vitesses (comportement newtonien), une deuxième zone avec une chute de la viscosité apparente (comportement rhéofluidifiant) et enfin une troisième zone avec un autre plateau de viscosité aux hauts gradients de vitesses (comportement newtonien). De plus, nous avons pu voir que la viscosité apparente augmente quand la concentration en Milling Yellow de la solution augmente ou quand la concentration en glucose augmente.

Nous rappelons que nous cherchons pour notre étude un fluide au comportement newtonien sur la plus grande plage de gradient de vitesses possible, avec une viscosité de l'ordre de 1 Pa.s. L'ajout de glucose aqueux nous a effectivement permis d'augmenter la viscosité des solutions pures de Milling Yellow trop faiblement concentrées pour avoir une viscosité apparente suffisante. Toutefois, le résultat de cet ajout de glucose aqueux a aussi fortement diminué la plage de gradient de vitesses disponible pour avoir un comportement newtonien. Par conséquent, nous n'étudierons pas ces solutions dans la grande cellule de cisaillement. La seule solution de Milling Yellow que nous étudierons dans cette cellule est la solution pure P2 (à une concentration de 1% en Milling Yellow) car elle est la seule à répondre à plusieurs de nos critères (comportement rhéologique simple, biréfringent, faible diffusivité, viscosité apparente de l'ordre de 1 Pa.s et plage de gradient de vitesses étendue).

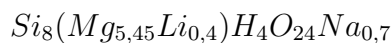
## II.2 Les suspensions de Laponite

Après l'étude des solutions de Milling Yellow, nous passons à l'étude de fluides plus complexes : les suspensions de Laponite. Ces suspensions d'argile de synthèse sont bien adaptées aux mesures optiques que nous souhaitons réaliser dans le cadre de cette thèse puisqu'elles ont le grand avantage d'être transparentes.

Dans cette deuxième partie du chapitre, nous procédons de la même manière que pour le Milling Yellow avec dans un premier temps un état des connaissances sur les suspensions de Laponite. Ensuite, le protocole de préparation est détaillé avant l'étude de la caractérisation rhéométrique des suspensions préparées.

### II.2.1 Les connaissances sur les suspensions de Laponite

L'entreprise Rockwood (en Grande-Bretagne) fabrique différents types de Laponite dont la Laponite RD utilisée dans cette thèse et la Laponite XLG qui est une version purifiée, des éventuelles traces de métaux lourds, de la Laponite RD. Les suspensions de Laponite sont des fluides transparents, à seuil et thixotropes, ce qui en fait des fluides modèles pour des suspensions colloïdales chargées [42]. Les suspensions de Laponite sont des argiles de synthèse de type hectorite dont la formule minéralogique est [56] :



Les particules de Laponite sont des nanoparticules (avec un diamètre de l'ordre de 25 nm et une épaisseur de l'ordre de 1 nm) sous forme de disques qui sont chargés [56, 35, 26] négativement

sur les faces circulaires et positivement sur les bords (Figure II.6).

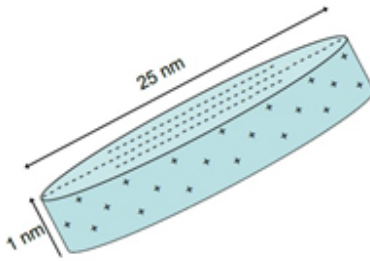


FIGURE II.6 – Schéma d'une particule chargée de Laponite. Figure issue de [35].

La Laponite est largement utilisée pour modifier les propriétés rhéologiques de certains fluides que l'on retrouve notamment dans les produits cosmétiques, les peintures ou encore les encres. C'est pourquoi une étude des propriétés rhéologiques des suspensions de Laponite est importante. Dans ce but, de nombreuses études ont été menées avec des résultats qui ne sont pas toujours en accord les uns avec les autres. En effet, le comportement des suspensions dépend fortement du mode de préparation de celles-ci, ce qui rend difficile les comparaisons entre différentes études. Afin de mieux comprendre l'influence du mode de préparation, Cummins [18] a mené une étude en utilisant la spectroscopie par corrélation de photons (PCS) sur des suspensions de Laponite XLG préparées avec différents modes opératoires. Cette étude a permis de mettre en évidence différents points importants :

- le vieillissement

Le processus de vieillissement des suspensions à des concentrations inférieures à 1% est très lent. En effet, le temps de vieillissement considéré correspond au temps écoulé entre le moment de la préparation de la suspension (qui est alors sous forme liquide) et le moment de la formation d'un gel (qui correspond à l'instant où les mesures de PCS n'évoluent plus). L'étude menée par Cummins [18] montre encore des évolutions dans les mesures de PCS un an après la préparation des suspensions pour de faibles concentrations.

- la filtration

La filtration des suspensions affecte le taux d'agrégation des particules de Laponite et donc le temps nécessaire à l'obtention d'un gel. Cummins a testé des suspensions qui n'ont pas été filtrées, des suspensions filtrées avec un filtre Millipore de  $0,45\ \mu\text{m}$  et d'autres filtrées avec un filtre de  $0,8\ \mu\text{m}$ . Les résultats obtenus ne sont pas très concluants mais amènent à penser que la filtration des suspensions de Laponite joue un rôle dans la formation d'un gel sans pour autant connaître quel est exactement son rôle. Il suppose que l'hétérogénéité des résultats peut être due à la présence d'impuretés (résidus de détergent ou de solvant) dans le filtre. Étant donné ces observations, le plus simple pour la suite (lors de la préparation de nos échantillons de suspensions) est de ne pas filtrer les suspensions et de laisser les gels se former naturellement.

- le pH

Dans sa thèse, Mongondry [56] a montré l'influence du pH sur les suspensions de Laponite. Il explique que le pH influe sur la stabilité chimique des suspensions pour lesquelles un pH "idéal" se situe autour de 10. En effet, des études précédentes [93, 60] ont montré que si le

pH est inférieur à 8,4 alors la Laponite se dissout. Par contre, pour un pH supérieur à 10,5 la suspension flocule. Ceci se retrouve dans l'étude menée par Cummins [18] où il étudie le rôle du pH sur la formation du gel de Laponite. Pour ce faire, il a préparé trois types de suspension. Une première série dont le pH n'est pas contrôlé (le pH mesuré plus tard est compris entre 9,28 et 9,90), une deuxième série dont le pH est ajusté après le mélange avec l'eau par ajout de soude (le pH mesuré est compris entre 10,12 et 10,37) et une troisième série dont le pH de l'eau est ajusté à 10 avant le mélange avec la poudre de Laponite (le pH mesuré pour cette série est compris entre 10,27 et 10,42). Il a alors observé que les suspensions de la première série ont une vitesse de formation des agrégats qui est significativement plus élevée que celle pour les suspensions des deux autres séries. Ceci est dû au fait que pour la première série, le pH est autour de la valeur "idéale" ce qui permet une bonne formation des agrégats. Au contraire, pour les deux autres séries, le pH devient trop important et il y a en même temps formation d'agrégats et floculation de la suspension. De plus, le pH des suspensions va dépendre de la façon dont elles sont entreposées. En effet, certaines études [93, 60] ont mis en évidence que si les suspensions de Laponite étaient conservées sans prendre de précaution (les suspensions doivent être manipulées de préférence sous atmosphère de  $N_2$  et stockées dans des bidons hermétiquement clos pour éviter les interactions avec l'air environnant), le pH des suspensions diminue du fait de la dissolution du  $CO_2$  de l'air. On passe alors dans la gamme inférieure de pH ce qui contribue à la dissolution des particules de Laponite. Cette dissolution est accompagnée d'un relargage d'ions  $Mg^{2+}$ , ce qui augmente la force ionique de la suspension.

Comme nous venons de le préciser, le mode de préparation des suspensions a une influence sur la formation des gels de Laponite. Nous pouvons alors nous demander comment se forment-ils ? Il existe deux hypothèses pour tenter de répondre à cette question. Chacune d'entre elles est défendue par de nombreux auteurs. Il y a en premier lieu l'hypothèse de la formation d'un gel par agrégation des particules [62, 91, 50, 102]. Cette formation de gel suppose que les particules aient un caractère attractif [56] pour pouvoir s'assembler et former des agrégats dont la taille va augmenter au fil du temps. Après un certain temps, l'agrégat est suffisamment gros pour remplir l'espace dans le récipient et former un gel. Il existe plusieurs processus d'agrégation qui conduisent à différentes dimensions fractales (grandeur utilisée pour traduire la façon qu'à un ensemble fractal de remplir l'espace) du gel (Figure II.7).

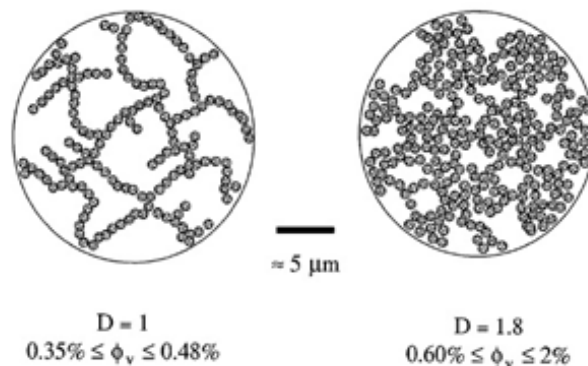


FIGURE II.7 – Structure de la Laponite suivant les fractions volumiques et les dimensions fractales. Figure issue de [69].

Deux types d'agrégation peuvent être distingués : l'agrégation particule-amas et l'agrégation amas-amas [52]. L'agrégation particule-amas se retrouve dans des systèmes concentrés où des



petites particules (qui peuvent encore bouger) vont s'agréger sur des amas fixes (la dimension fractale est autour de 2). Au contraire, l'agrégation amas-amas se produit dans des systèmes faiblement concentrés pour que les amas puissent bouger et venir s'agréger entre eux (la dimension fractale est autour de 1). La deuxième hypothèse pour la formation des gels de Laponite implique la répulsion électrostatique des charges négatives sur les faces des particules de Laponite [4, 1]. Dans ce cas, les particules vont se repousser les unes les autres jusque sur les bords du récipient jusqu'à ce que plus aucune d'entre elles ne puisse bouger dans toutes les directions. Contrairement à la première hypothèse où la suspension est un gel agrégatif, dans ce cas on parlera plutôt de verre répulsif.

Si nous nous intéressons maintenant à l'écoulement entre plans coaxiaux de suspensions de Laponite, Pignon *et al.* [69] ont identifié quatre régimes d'écoulement qui correspondent à différents changements dans le champ de déformations (Figure II.8 a). Si le pH, la force ionique et la température sont fixés, ces régimes d'écoulement dépendent de la fraction volumique et du gradient de vitesses apparent (Figure II.8 b).

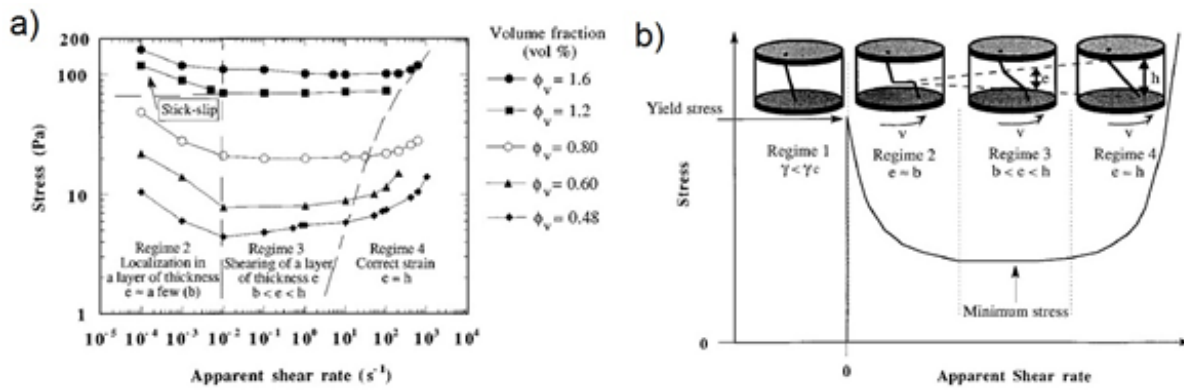


FIGURE II.8 – a) Courbe d'écoulement en régime établi pour des suspensions de Laponite à différentes fractions volumiques. Les régimes 2, 3 et 4 dépendant du gradient de vitesses et de la fraction volumique sont représentatifs de différents états du champ de déformations. Le pH vaut 9,5, la concentration en chlorure de sodium est de  $10^{-3}$  M,  $e$  est l'épaisseur de la couche cisailée,  $b$  est l'ordre de grandeur des objets suspendus ou l'intervalle d'interaction des particules,  $h$  est la taille de l'entrefer entre les deux plans dans le volume de l'échantillon. b) Courbe d'écoulement typique d'une suspension de Laponite et les changements dans le champ de déformations à l'intérieur du volume de l'échantillon. Régime 1 : petites déformations, le champ de déformations est homogène. Régimes 2, 3 et 4 : changements dans la couche cisailée. Figure issue de [69].

Dans le premier régime, aux faibles déformations ( $\gamma$ ), le gel a un comportement élastique qui correspond à un champ de déformations homogène. Au-delà d'une valeur critique ( $\gamma_c$ ), le matériau s'écoule quand un gradient de vitesses lui est appliqué suivant les différents régimes (2, 3 ou 4).

Dans le second régime, aux faibles taux de cisaillements apparents, le cisaillement est localisé dans une fine couche de l'échantillon. Le niveau de contrainte diminue au fur et à mesure que le cisaillement augmente. Dans la plage de gradients de vitesses étudiée, un "stick-slip" se produit dans le plan de rupture au-delà d'une fraction volumique de 1,2% quand seulement un petit espace est laissé libre pour les particules. Cet effet n'est plus observé pour des fractions

volumiques plus faibles à proximité de la transition sol-gel quand la distance entre les particules est approximativement égale à trois fois le diamètre moyen des particules.

Dans le troisième régime, pour des gradients de vitesses intermédiaires (zone de contrainte minimum), le cisaillement reste à l'intérieur d'une couche dont l'épaisseur dépend de la fraction volumique et du gradient de vitesses apparent. Quand celui-ci augmente, le niveau de contrainte est constant et égal à la contrainte minimale. Pour une fraction volumique donnée, la couche cisailée s'épaissit quand le gradient de vitesses apparent augmente. Une bande de cisaillement uniforme est alors prise en sandwich entre les deux bandes rigides élastiquement déformées.

Enfin, dans le quatrième régime, pour les plus hauts gradients de vitesses apparents, une bande de cisaillement uniforme s'étend dans tout l'entrefer entre les deux plans. Un cisaillement homogène est obtenu partout dans le volume de l'échantillon.

Ramsay [79] a montré la dépendance de la contrainte seuil des suspensions de Laponite en fonction de la concentration en Laponite (Figure II.9). Même si les concentrations étudiées ici (de 3% à 10% en masse) sont supérieures à toutes celles que nous utilisons, ceci nous donne une information sur la forte augmentation de la contrainte seuil en fonction de la concentration de la suspension (évolution en loi puissance).

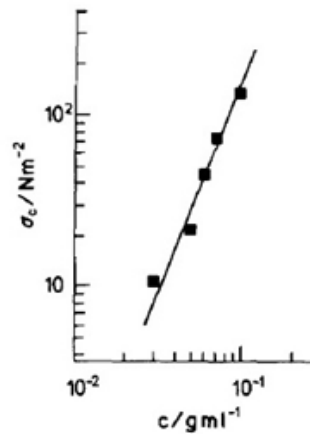


FIGURE II.9 – Dépendance de la contrainte seuil ( $\sigma_c$  en Pa) en fonction de la concentration en Laponite ( $c$  en g/mL). Figure issue de [79].

De plus, Gueslin [35] a montré que le caractère rhéofluidifiant des suspensions de Laponite s'accroît avec le temps de vieillissement (Figure II.10).

Le temps de vieillissement considéré dans cette étude est différent du temps de vieillissement utilisé par Cummins [18]. En effet, l'étude de Gueslin considère que le temps de vieillissement correspond au temps de repos entre le pré-cisaillement (réalisé avec un agitateur magnétique) suivi de la mise en place dans le rhéomètre et le début de l'expérience. Elle a ensuite soumis la suspension de Laponite à une contrainte constante. Ceci lui a permis de montrer que la suspension évolue avec un temps caractéristique qui dépend de la contrainte appliquée. Elle a alors pu définir des contraintes limites pour différents régimes d'écoulement, ces contraintes dépendant du temps de vieillissement de la suspension tout comme les paramètres de la loi puissance utilisés pour décrire le comportement rhéofluidifiant des suspensions de Laponite. Tout ceci permet de conclure que la principale caractéristique d'une suspension de Laponite est



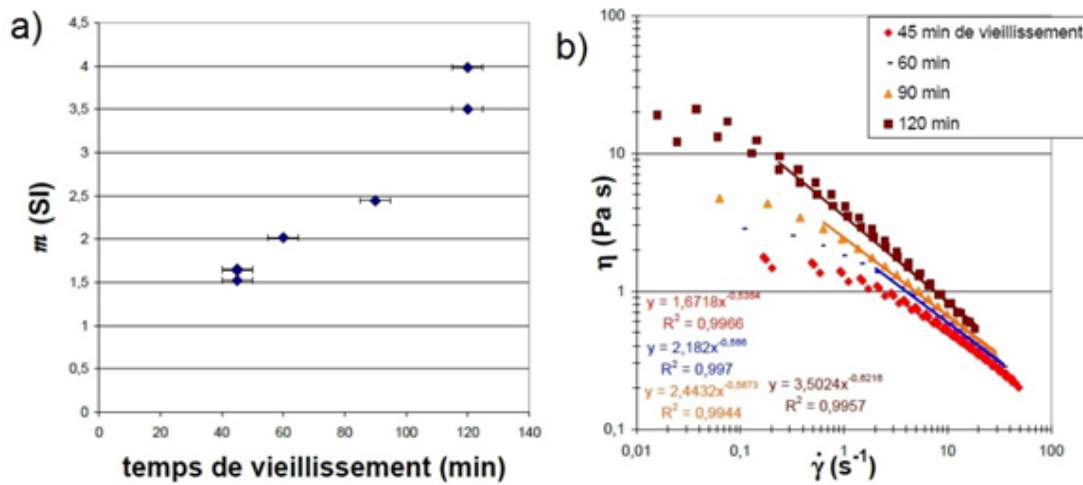


FIGURE II.10 – a) Évolution du coefficient de rhéofluidification avec le temps de vieillissement. b) Rhéogramme obtenu à partir d'une rampe de contrainte de 10 minutes après différents temps de vieillissement. Les équations correspondent à l'ajustement par une loi puissance pour les différents temps de vieillissement. L'exposant de ces équations correspond à "n-1". Figure issue de [35].

son caractère thixotrope.

## II.2.2 La préparation des suspensions

Les suspensions de Laponite sont préparées avec de l'eau osmosée à différentes concentrations pseudo-massiques. La Laponite utilisée est une Laponite RD (Rockwood). La poudre est mélangée avec l'eau grâce à un homogénéiseur ULTRA TURRAX T25 (Ika) pendant 15 minutes à 11 000 tr/min. Le tableau II.3 donne un exemple des différentes préparations qui ont été faites au cours de cette thèse.

Concentration pseudo-massique	Quantité	Masse d'eau (g)	Masse de Laponite (g)	pH
1%	1*0,5 L	500	5	10,30
1,5%	1*0,5 L	500	7,5	10,30
2%	1*0,5 L	500	10	10,19
2,2%	1*0,5 L	500	11	10,21
2,5%	1*0,5 L	500	12,5	10,20
2,7%	1*0,5 L	500	13,5	10,20

TABLE II.3 – Exemple de préparation de suspensions de Laponite.

Remarque : le pH indiqué dans ce tableau est mesuré après un mois de maturation. Pour deux séries de préparation, nous avons réalisé un suivi de l'évolution du pH entre l'instant de fabrication de la suspension et sa maturation après un mois. Ces relevés sont regroupés en annexe A.3.

Dans la littérature [56], il est montré que les suspensions de Laponite sont stables chimiquement pour un pH de 10. Dans cette étude, le pH des suspensions a été vérifiée mais n'a pas été ajusté à 10 du moment où il n'était pas inférieur à 8,5 [93, 60] ou supérieur à 11. Toutes les préparations

réalisées sont reportées en annexe A.3.

### II.2.3 La caractérisation rhéométrique des suspensions

Dans cette dernière partie du chapitre, nous nous intéressons à la caractérisation des suspensions de Laponite que nous avons fabriquées. Nous commençons par détailler le protocole de mesure puis les résultats obtenus suivant chaque type d'essai (viscosité apparente, seuil d'écoulement apparent, thixotropie, loi de comportement globale) et ceci en fonction de la concentration des suspensions.

#### II.2.3.1 Le protocole de mesure

Pour caractériser les suspensions, nous disposons de deux rhéomètres. Le rhéomètre Gemini (Malvern Bohlin) avec une géométrie à cylindres coaxiaux qui est utilisé pour déterminer la loi de comportement à l'équilibre des suspensions et le rhéomètre DHR-2 (TA Instruments) avec une géométrie plan-plan qui est utilisé pour tous les autres essais. La première géométrie est sablée et la deuxième est rendue rugueuse avec du papier de verre pour éviter tout problème de glissement. Les deux appareils de mesure utilisés sont des rhéomètres à contrainte imposée. Toutefois, les essais que nous réalisons se font en gradient de vitesses imposé, ce qui nous permet d'avoir toujours les mêmes plages de taux de cisaillements quelle que soit la concentration de la suspension. Pour chaque fluide, nous réalisons trois essais courts (Figure II.11 a), chacun correspondant à un précisaillement différent et un essai long (Figure II.11 b). L'échantillon est changé entre chaque essai.

Commençons par définir les essais courts. Ils sont réalisés avec le rhéomètre DHR-2 et sont découpés en trois parties :

- La première partie consiste à appliquer un cisaillement constant (à  $1000 \text{ s}^{-1}$  ou  $500 \text{ s}^{-1}$  ou  $80 \text{ s}^{-1}$ ) pendant 15 minutes et suivre l'évolution de la viscosité apparente de la suspension en fonction du temps. Cette première partie fait donc office de précisaillement pour la suite. Elle est suivie d'un court temps de repos (de 10 secondes), ce qui permet de casser l'inertie du mobile. De plus, ce temps est court pour ne pas avoir un matériau qui se soit restructuré.
- La deuxième partie de ces essais est un essai en oscillation à une fréquence de 1 Hz, destiné à déterminer le seuil d'écoulement apparent des suspensions. Cette partie se fait en contrainte imposée avec une répartition logarithmique des points entre 0,5 Pa et 50 Pa pour toutes les concentrations exceptée celle à 1% pour laquelle la plage de contrainte va de 0,05 Pa à 5 Pa. Afin de limiter le temps consacré à cette partie dans l'essai, celle-ci se fait uniquement sur 2 cycles (d'intégration). De plus, une condition d'arrêt est ajoutée (arrêt des oscillations si le gradient de vitesses devient supérieur à  $5 \text{ s}^{-1}$ ) pour s'assurer un état de structure qui ne soit influencé que par le précisaillement précédent. Par conséquent, la durée de cette deuxième partie ne dépasse jamais 3 minutes.
- Enfin, nous appliquons une rampe croissante de cisaillement de  $1 \text{ s}^{-1}$  à  $400 \text{ s}^{-1}$  suivie d'une rampe décroissante de  $400 \text{ s}^{-1}$  à  $1 \text{ s}^{-1}$  avec une répartition logarithmique des points de mesure. Pour chaque point, le temps d'établissement est de 60 s pour un temps d'intégration de 10 s. Les courbes de montée et de descente que nous obtenons avec ce protocole nous donnent une information sur la thixotropie des suspensions pour les différents précisaillements qui sont appliqués.

Ensuite, nous définissons l'essai long. Il est réalisé avec le rhéomètre Gemini et consiste à appli-

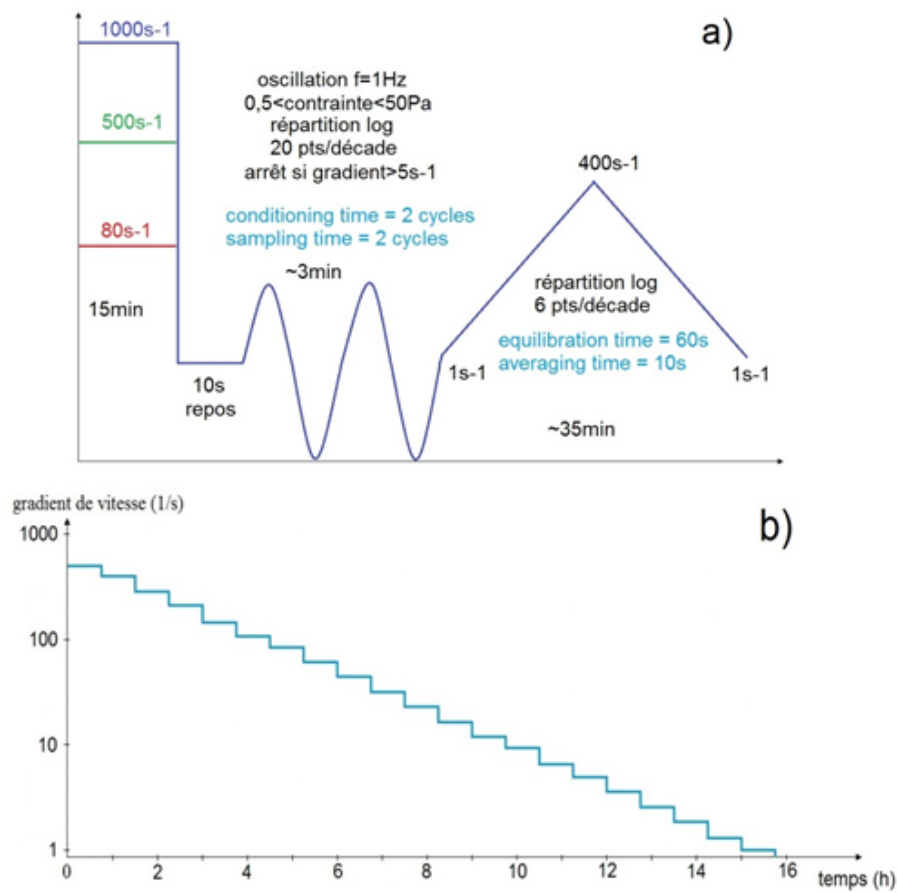


FIGURE II.11 – a) Protocole de mesure pour le rhéomètre TA Instruments. b) Protocole de mesure pour le rhéomètre Malvern Bohlin.

quer des paliers de cisaillement constant, par valeurs décroissantes de  $400 s^{-1}$  à  $1 s^{-1}$  pendant 45 minutes pour chaque palier. Les points entre ces deux bornes suivent une répartition logarithmique. Un pré-cisaillement à  $500 s^{-1}$  pendant 45 minutes est appliqué dans le but d'avoir une suspension déstructurée au début de l'essai. Ce protocole va alors nous permettre de tracer un rhéogramme pseudo-établi pour chacune de nos suspensions et définir ainsi une loi de comportement à l'équilibre pour chacune d'entre elles.

### II.2.3.2 La mesure de la viscosité apparente

Nous nous intéressons dans un premier temps à la viscosité apparente de nos six suspensions de Laponite. Pour ce faire, nous prenons les mesures réalisées avec le rhéomètre DHR-2 dans la première partie du protocole. Ceci nous permet de tracer l'évolution de la viscosité apparente en fonction du temps pour chacun des cisaillements appliqués (Figure II.12).

Nous constatons que l'évolution de la viscosité apparente obtenue est la même, quelles que soient l'intensité du cisaillement et la concentration de la suspension. En effet, comme l'a montré Gueslin [35], la viscosité apparente diminue en fonction du temps si la contrainte appliquée est supérieure à la contrainte seuil de la suspension. C'est ce que nous retrouvons ici. De plus, on remarque que la décroissance est importante sur les premiers instants et que la viscosité apparente tend vers une valeur limite d'autant plus vite que le cisaillement est élevé. Pour

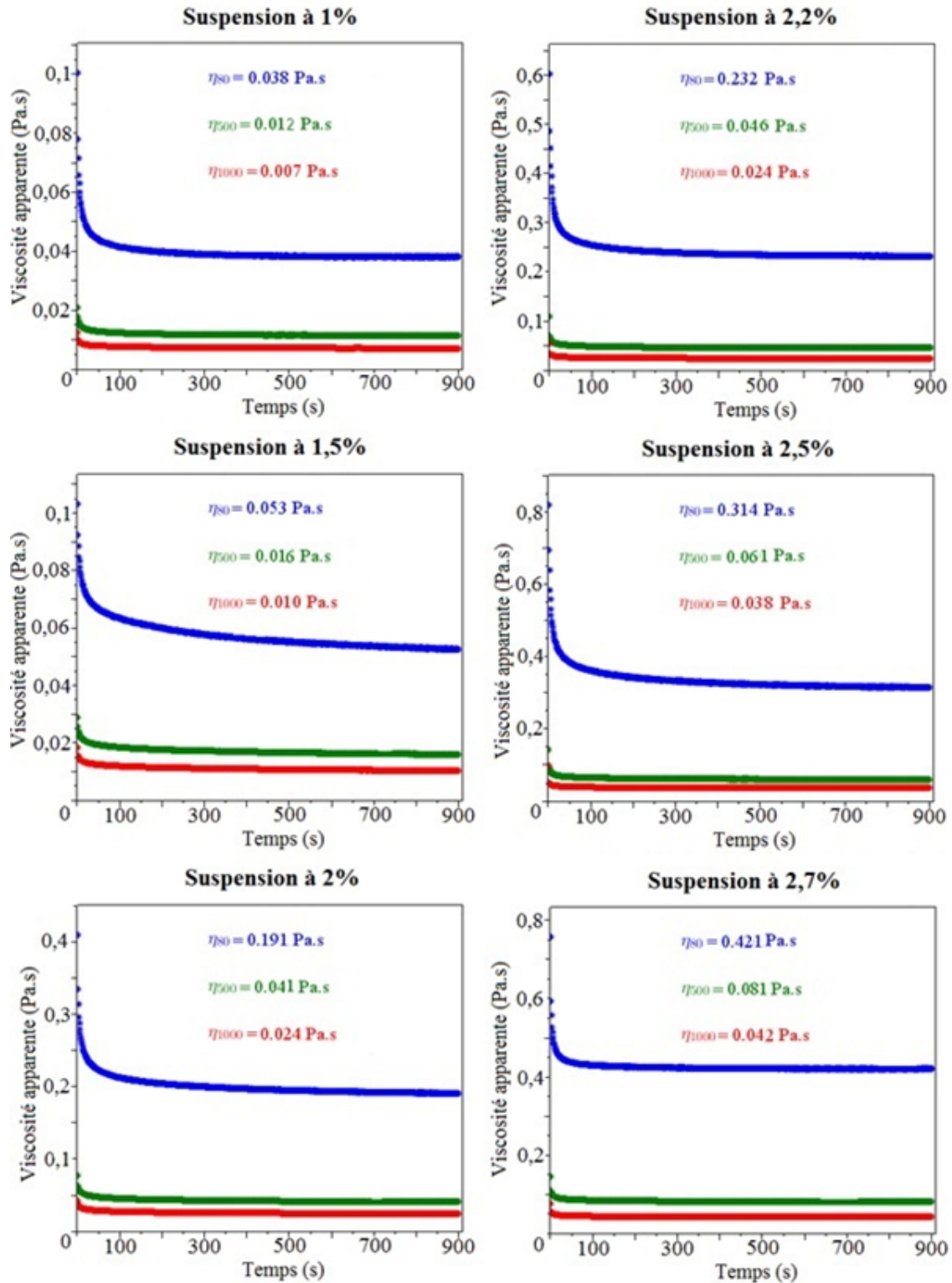


FIGURE II.12 – Évolution de la viscosité apparente en fonction du temps pour toutes les suspensions de Laponite étudiées sous un précisaillement à  $80 \text{ s}^{-1}$  en bleu,  $500 \text{ s}^{-1}$  en vert et  $1000 \text{ s}^{-1}$  en rouge.

la détermination de cette viscosité apparente limite, dont les valeurs sont indiquées sur les graphiques et récapitulées dans le tableau ci-dessous (Tableau II.4), nous avons pris la valeur

moyenne de la viscosité apparente mesurée sur les 100 derniers points de mesure correspondant au dernier décile.

Concentration pseudo-massique	Cisaillement à $80 \text{ s}^{-1}$		Cisaillement à $500 \text{ s}^{-1}$		Cisaillement à $1000 \text{ s}^{-1}$	
	moyenne (Pa.s)	écart-type (Pa.s)	moyenne (Pa.s)	écart-type (Pa.s)	moyenne (Pa.s)	écart-type (Pa.s)
1%	0,038	$8,9 \cdot 10^{-5}$	0,012	$1,3 \cdot 10^{-5}$	0,007	$3,6 \cdot 10^{-6}$
1,5%	0,053	$1,9 \cdot 10^{-4}$	0,016	$3,7 \cdot 10^{-5}$	0,010	$2,6 \cdot 10^{-5}$
2%	0,191	$2,3 \cdot 10^{-4}$	0,041	$5,6 \cdot 10^{-5}$	0,024	$3,3 \cdot 10^{-5}$
2,2%	0,232	$1,6 \cdot 10^{-4}$	0,046	$2,9 \cdot 10^{-5}$	0,024	$5,3 \cdot 10^{-6}$
2,5%	0,314	$7,9 \cdot 10^{-4}$	0,061	$1,3 \cdot 10^{-4}$	0,038	$1,5 \cdot 10^{-5}$
2,7%	0,421	$3,7 \cdot 10^{-4}$	0,081	$1,6 \cdot 10^{-5}$	0,042	$4,2 \cdot 10^{-6}$

TABLE II.4 – Valeurs de viscosité apparente pour les suspensions de Laponite.

Pour un cisaillement donné, la viscosité apparente augmente avec la concentration alors que pour une concentration donnée, elle diminue si le cisaillement augmente. Ces résultats sont cohérents puisque l'augmentation de la concentration de la suspension implique la présence de plus de particules et d'agrégats dans la suspension, ce qui a pour effet une augmentation de la viscosité apparente. D'un autre côté, plus la suspension est cisailée fortement, plus elle est déstructurée, ce qui cause une chute de la viscosité apparente.

Ceci met en évidence l'influence du cisaillement sur le comportement de la suspension. En effet, les mesures de viscosité apparente sont fortement impactées par l'intensité du cisaillement et par conséquent par l'état de structure de la suspension. Nous allons maintenant essayer de voir si nous retrouvons cette forte influence du cisaillement sur la mesure de seuil d'écoulement apparent et de thixotropie.

### II.2.3.3 La mesure du seuil d'écoulement apparent

Nous commençons par les mesures de seuil d'écoulement apparent. Pour cela, nous récupérons les données correspondant à la deuxième partie du protocole effectué avec le rhéomètre DHR-2. Nous traçons l'évolution du module visqueux et du module élastique en fonction de la contrainte pour chacun des cisaillements (à  $1000 \text{ s}^{-1}$ ,  $500 \text{ s}^{-1}$  et  $80 \text{ s}^{-1}$ ) pour toutes nos suspensions de Laponite (Figure II.13). La connaissance de l'évolution du module élastique et du module visqueux en fonction de la contrainte permet de remonter à la contrainte seuil du matériau. En effet, le module élastique est lié à la réponse "solide" du matériau alors que le module visqueux est lié à sa réponse "liquide"; la prépondérance de l'un ou l'autre indique dans quel état se trouve la suspension. Il existe différentes façons de déterminer la contrainte seuil, en considérant qu'elle correspond :

- à la contrainte pour laquelle le module élastique chute rapidement,
- ou à l'intersection entre la tangente horizontale du module élastique et la tangente à sa chute,
- ou à la contrainte pour laquelle le module visqueux devient supérieur au module élastique.

Dans notre cas, nous avons choisi la dernière solution, tout simplement parce que c'est celle qui est la moins subjective des trois et pour laquelle on retrouve facilement la notion de seuil d'écoulement, c'est-à-dire que la partie "fluide" devient prépondérante par rapport à la partie "solide". C'est ainsi que nous obtenons les valeurs de seuil regroupées dans le tableau ci-dessous



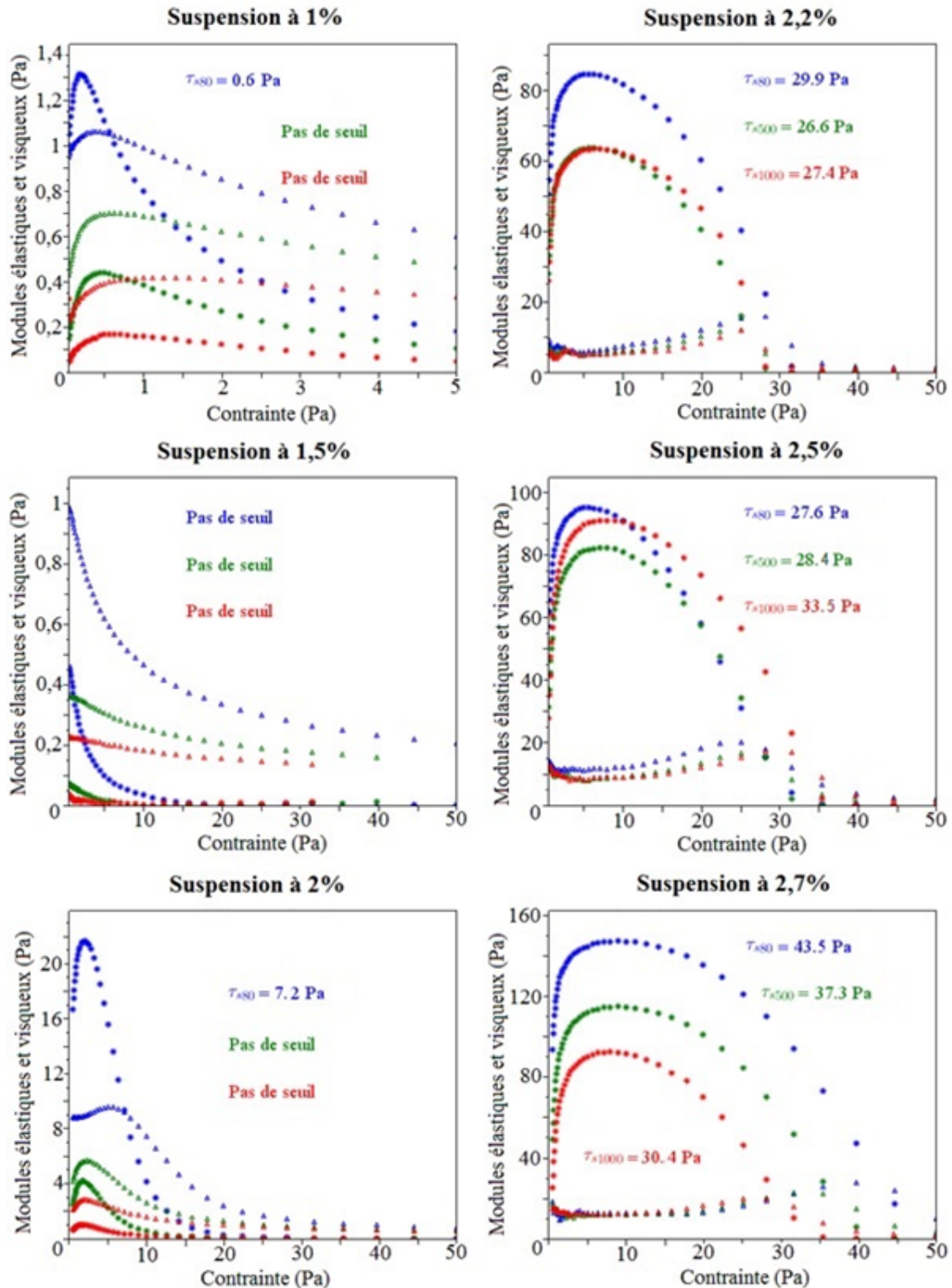


FIGURE II.13 – Évolution du module élastique (\*) et du module visqueux ( $\Delta$ ) en fonction de la contrainte pour toutes les suspensions de Laponite étudiées après un précisaillement à 80 s<sup>-1</sup> en bleu, 500 s<sup>-1</sup> en vert et 1000 s<sup>-1</sup> en rouge.

(Tableau II.5) et notées sur les graphiques.

Concentration pseudo-massique	Précisaillement à $80 \text{ s}^{-1}$	Précisaillement à $500 \text{ s}^{-1}$	Précisaillement à $1000 \text{ s}^{-1}$
1%	0,6 Pa	/	/
1,5%	/	/	/
2%	7,2 Pa	/	/
2,2%	29,9 Pa	26,6 Pa	27,4 Pa
2,5%	27,6 Pa	28,4 Pa	33,5 Pa
2,7%	43,5 Pa	37,3 Pa	30,4 Pa

TABLE II.5 – Valeurs des seuils d'écoulement apparents pour les suspensions de Laponite.

Pour les trois concentrations les plus faibles, dans la plupart des cas, le module visqueux est toujours supérieur au module élastique. Ceci implique que la suspension ne présente pas de seuil d'écoulement apparent puisque même pour une faible contrainte, elle s'écoule. Toutefois, si le précisaillement n'est pas suffisamment intense, alors la suspension présentera un seuil d'écoulement. C'est ce que nous pouvons voir pour la suspension à une concentration pseudo-massique de 2%. Par contre, pour des concentrations plus élevées, on a la présence d'un seuil d'écoulement apparent dont la valeur augmente avec la concentration comme ce qui a pu être observé par Ramsay [79] pour de fortes concentrations. De plus, le précisaillement (donc l'état initial de la suspension) a une forte influence sur la valeur du seuil. En effet, plus le précisaillement est important, plus la suspension est déstructurée ce qui conduit à un seuil d'écoulement plus faible. Prenons l'exemple de la suspension à une concentration pseudo-massique de 2,7%. Dans le cas d'une chute de 50% de l'intensité du précisaillement, la contrainte seuil augmente de 22,8% et dans le cas d'une chute de 92% de l'intensité du précisaillement, elle augmente de 43,3%. Ceci illustre parfaitement l'importance de l'état initial de la suspension sur son comportement, surtout pour de fortes concentrations pour lesquelles le caractère thixotrope de la suspension ne peut être négligé.

#### II.2.3.4 La mesure de la thixotropie des suspensions de Laponite

Au vu de la conclusion de la partie précédente, nous allons maintenant essayer de caractériser la thixotropie de nos suspensions de Laponite. Nous avons vu dans le premier chapitre qu'il y a plusieurs méthodes pour avoir des informations sur la thixotropie d'une suspension. Nous avons choisi de réaliser deux rhéogrammes courts, un avec des gradients de vitesses croissants et l'autre avec des gradients de vitesses décroissants (troisième partie du protocole de mesure avec le rhéomètre DHR-2). Pour que la différence entre les deux courbes nous fournisse une mesure de la thixotropie de nos suspensions, nous traçons l'évolution de la contrainte en fonction du gradient de vitesses (Figure II.14) pour toutes les suspensions et pour chaque précisaillement appliqué.

Remarque : nous rappelons que le temps d'application de chacun des précisaillements est de 15 minutes et que chacune des rampes de gradient de vitesses (croissante et décroissante) a une durée légèrement inférieure à 20 minutes.

Le tracé de ces courbes met en évidence le caractère thixotrope des suspensions de Laponite, ce qui se traduit par deux effets :

- le précisaillement

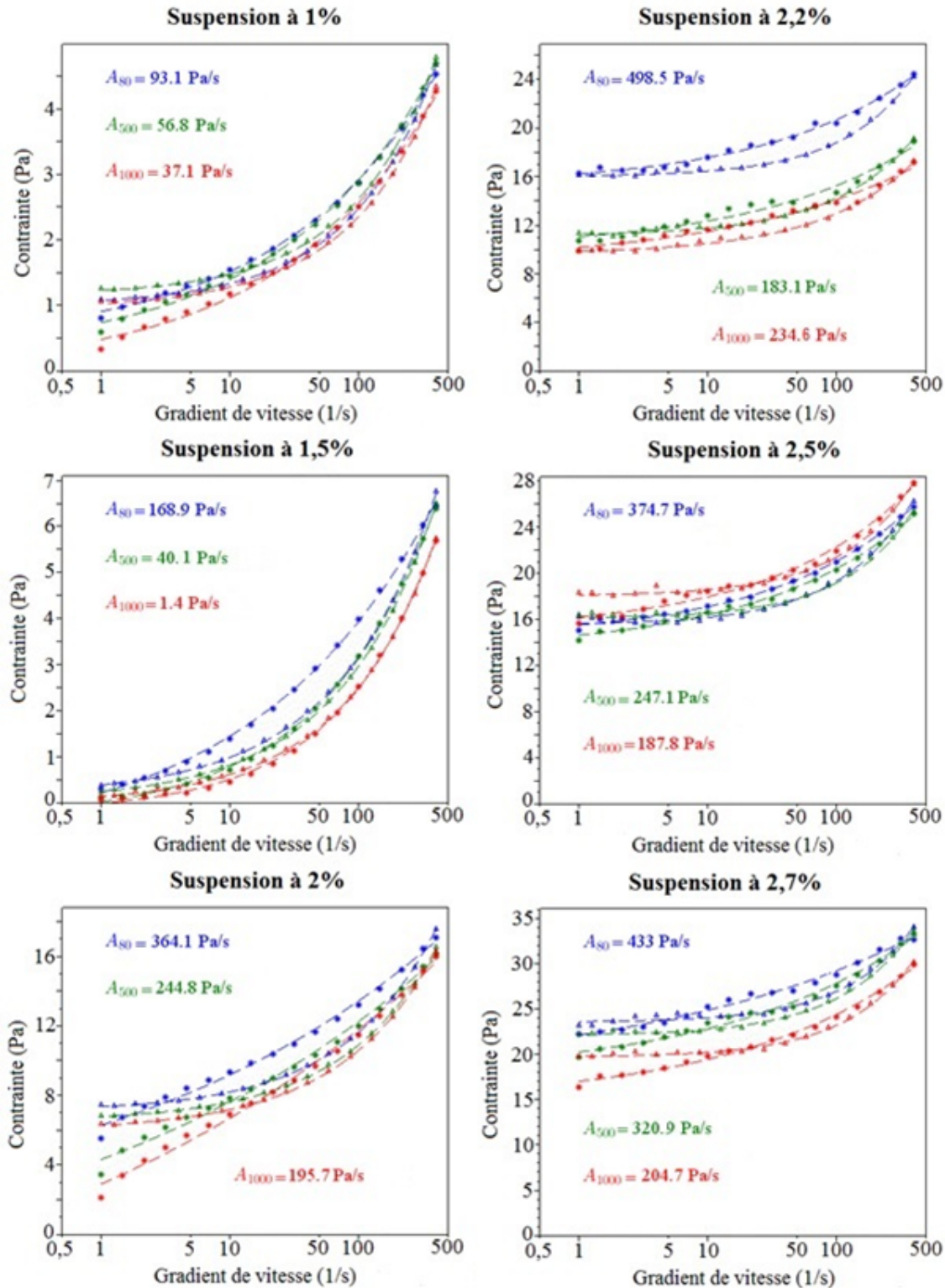


FIGURE II.14 – Évolution de la contrainte en fonction du gradient de vitesses pour toutes les suspensions de Laponite étudiées après un précisaillement de 15 minutes à  $80 \text{ s}^{-1}$  en bleu,  $500 \text{ s}^{-1}$  en vert et  $1000 \text{ s}^{-1}$  en rouge, dans le cas d'une rampe croissante (\*) et d'une rampe décroissante ( $\Delta$ ) de gradient de vitesses.



Pour une concentration donnée, les courbes suivent un ordre précis : d'abord celle pour le précisaillement le plus faible (à  $80 \text{ s}^{-1}$ ) avec des contraintes élevées, puis celle pour le précisaillement intermédiaire (à  $500 \text{ s}^{-1}$ ) et enfin celle pour le précisaillement le plus important (à  $1000 \text{ s}^{-1}$ ) avec des contraintes faibles. Ceci signifie que pour atteindre un gradient de vitesses donné, il faut appliquer une contrainte de plus en plus élevée quand le précisaillement diminue. Autrement dit, la suspension n'étant pas dans un même état initial (suivant le précisaillement appliqué), elle n'a pas la même réponse en contrainte à une même rampe de gradient de vitesses.

- l'histoire de la suspension

Pour une concentration et un précisaillement donnés, la réponse de la suspension à une rampe de gradient de vitesses croissante ou à une rampe de gradient de vitesses décroissante n'est pas identique. Dans le premier cas (rampe croissante), on part d'une suspension qui est structurée et que l'on déstructure au fur et à mesure en augmentant le gradient de vitesses appliqué jusqu'à obtenir une suspension dans un état le plus déstructuré possible (dépendant du gradient de vitesses maximum que l'on applique). Dans le second cas (rampe décroissante), la suspension est dans un état déstructuré et par conséquent une contrainte plus faible est suffisante pour atteindre un même gradient de vitesses que dans le premier cas. C'est pourquoi la courbe de descente est en-dessous de la courbe de montée pour les forts gradients de vitesses.

Par contre, quand on applique une rampe décroissante, la suspension a tendance à se structurer au fil du temps, même sous cisaillement. Ceci a pour conséquence que la courbe de descente passe au-dessus de la courbe de montée pour les faibles gradients de vitesses.

Pour obtenir la grandeur qui nous intéresse, c'est-à-dire l'aire entre les deux courbes de montée et de descente, nous appliquons un modèle d'Herschel-Bulkley (Équation I.14) à nos données que nous intégrons pour avoir l'aire sous chacune des courbes, ce qui nous donne les valeurs indiquées sur les courbes et regroupées dans le tableau ci-dessous (Tableau II.6).

Concentration pseudo-massique	Précisaillement à $80 \text{ s}^{-1}$	Précisaillement à $500 \text{ s}^{-1}$	Précisaillement à $1000 \text{ s}^{-1}$
1%	93,1 $\text{Pa.s}^{-1}$	56,8 $\text{Pa.s}^{-1}$	37,1 $\text{Pa.s}^{-1}$
1,5%	168,9 $\text{Pa.s}^{-1}$	40,1 $\text{Pa.s}^{-1}$	1,4 $\text{Pa.s}^{-1}$
2%	364,1 $\text{Pa.s}^{-1}$	244,8 $\text{Pa.s}^{-1}$	195,7 $\text{Pa.s}^{-1}$
2,2%	498,5 $\text{Pa.s}^{-1}$	183,1 $\text{Pa.s}^{-1}$	234,6 $\text{Pa.s}^{-1}$
2,5%	374,7 $\text{Pa.s}^{-1}$	247,1 $\text{Pa.s}^{-1}$	187,8 $\text{Pa.s}^{-1}$
2,7%	433,0 $\text{Pa.s}^{-1}$	320,9 $\text{Pa.s}^{-1}$	204,7 $\text{Pa.s}^{-1}$

TABLE II.6 – Aires entre les courbes de montée et de descente pour toutes les suspensions de Laponite.

On peut tirer de ces données des grandes tendances comme l'augmentation de la thixotropie avec la concentration des suspensions de Laponite. En effet, pour un précisaillement donné, on constate que l'aire entre les courbes de montée et de descente augmente significativement avec la concentration (de 365% pour une augmentation de concentration de 63%, dans le cas d'un précisaillement à  $80 \text{ s}^{-1}$ ). Toutefois, cette évolution n'est pas monotone probablement à cause de conditions expérimentales légèrement différentes (température des suspensions, histoire de la suspension pendant sa maturation, étanchéité des bidons de stockage). De plus, pour une concentration donnée, l'expression de la thixotropie d'une suspension dépend fortement du

précisaillage et donc de l'état initial de la suspension. Ainsi, plus elle est précisaillée, plus son état initial est déstructuré et son caractère thixotrope est moins présent. On observe alors une augmentation de l'aire entre les deux courbes de montée et de descente quand le précisaillage diminue.

### II.2.3.5 La détermination des lois de comportement dans un état d'équilibre

Nous utilisons enfin le dernier protocole de mesure (celui avec le rhéomètre Gemini) pour obtenir les lois de comportement à l'équilibre de nos suspensions de Laponite. Pour ce faire, nous traçons l'évolution de la contrainte en fonction du gradient de vitesses pour chacune des suspensions (Figure II.15).

Nous constatons que toutes les courbes suivent une même tendance. Nous décidons d'appliquer un modèle d'Herschel-Bulkley (Équation I.14) à nos mesures pour obtenir une contrainte seuil, une consistance et un indice de viscosité pour chaque suspension.

Tous les paramètres utilisés dans le modèle et dont les valeurs sont indiquées sur les courbes ont récapitulées dans le tableau ci-dessous (Tableau II.7).

Concentration pseudo-massique	Contrainte seuil (Pa)	Consistance (Pa.s <sup>n</sup> )	Indice de viscosité (/)
1%	0,9 ± 0,03	0,032 ± 0,011	0,79 ± 0,02
1,5%	0,8 ± 0,12	0,077 ± 0,022	0,72 ± 0,05
2%	8,6 ± 0,26	0,275 ± 0,128	0,56 ± 0,04
2,2%	8,6 ± 0,19	0,186 ± 0,067	0,62 ± 0,04
2,5%	14,4 ± 0,35	0,283 ± 0,175	0,57 ± 0,04
2,7%	18,8 ± 0,64	0,713 ± 0,208	0,46 ± 0,04

TABLE II.7 – Valeurs de la contrainte seuil, de la consistance et de l'indice de viscosité issues d'un modèle d'Herschel-Bulkley pour toutes les suspensions de Laponite étudiées.

Ces essais nous indiquent que la contrainte seuil de la suspension augmente avec la concentration comme ce que nous avons pu obtenir sur les essais précédents (en oscillation). Toutefois, nous ne retrouvons pas les mêmes valeurs de seuil. Ceci est dû au fait dans les deux essais, les suspensions ne sont pas dans le même état structural. A cela s'ajoute que la méthode d'obtention de la contrainte seuil diffère entre les deux essais ce qui peut expliquer que pour les concentrations les plus élevées, les contraintes seuils obtenues ici sont inférieures à celles déterminées lors d'essais en oscillation (d'environ un facteur 2).

De plus, nous constatons que la consistance augmente avec la concentration de la suspension. Schématiquement, la consistance peut être assimilée à une viscosité. Or, dans nos mesures précédentes (§ II.2.3.2), nous avons trouvé que la viscosité apparente des suspensions augmente avec leur concentration du fait de l'augmentation du nombre de particules en suspension. C'est exactement la même chose qu'il se produit ici pour la consistance de nos suspensions.

Enfin, alors que la contrainte seuil et la consistance augmentent avec la concentration, l'indice de viscosité, lui, a plutôt tendance à diminuer. Ceci signifie que plus les suspensions de Laponite sont concentrées, plus elles sont rhéofluidifiantes. Nous retrouvons ici un résultat déjà démontré par Gueslin [35].

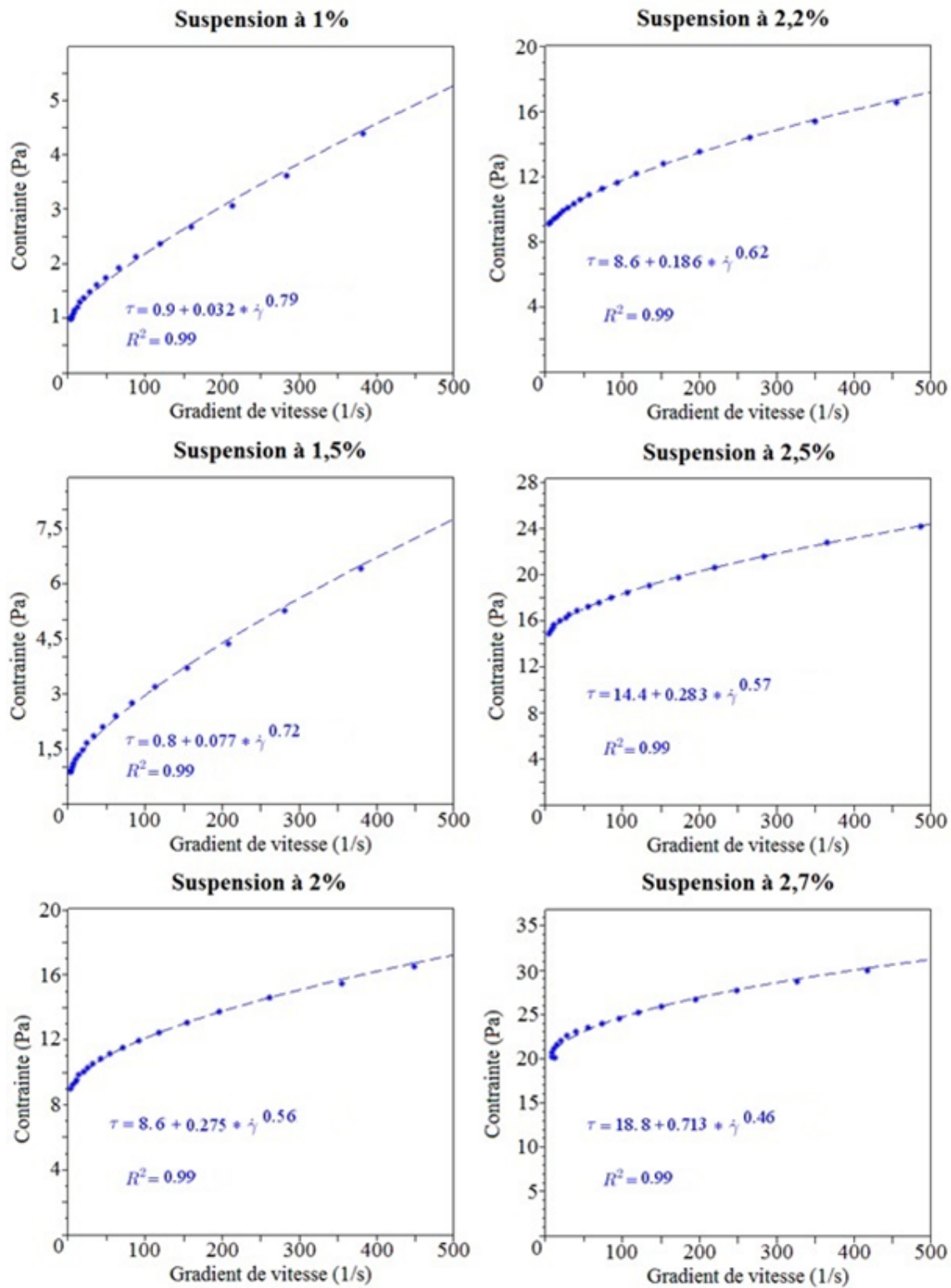


FIGURE II.15 – Évolution de la contrainte en fonction du gradient de vitesses pour toutes les suspensions de Laponite étudiées.

## II.2.4 Conclusion

Suite à la préparation des suspensions de Laponite à différentes concentrations, nous avons pu constater les diverses propriétés de ces suspensions, à savoir : le seuil d'écoulement, la rhéofluid-

dification et la thixotropie.

Nous avons alors remarqué que l'augmentation de la concentration conduit à une suspension avec une viscosité apparente de plus en plus importante, avec un seuil d'écoulement qui augmente, lui aussi, mais surtout avec un comportement thixotrope de plus en plus marqué (Figure II.16). Ceci est vrai quelle que soit l'intensité du précisaillement appliqué à la suspension. Toutefois, celle-ci joue aussi un rôle dans le comportement des suspensions puisqu'il modifie leur histoire. On observe alors une forte dépendance des trois paramètres étudiés en fonction du précisaillement appliqué. En effet, plus il est intense et plus la suspension est déstructurée, ce qui conduit à une chute des valeurs de viscosité apparente, de seuil d'écoulement et de thixotropie.

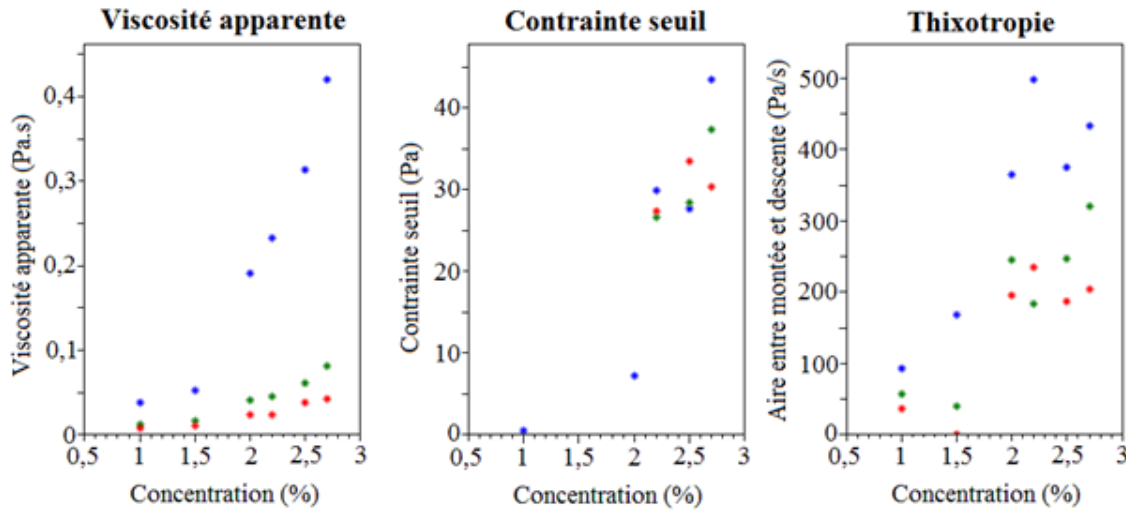


FIGURE II.16 – Évolution de la viscosité apparente, de la contrainte seuil et de la thixotropie en fonction de la concentration des suspensions de Laponite après un précisaillement à  $80 \text{ s}^{-1}$  en bleu,  $500 \text{ s}^{-1}$  en vert et  $1000 \text{ s}^{-1}$  en rouge.

D'autre part, si on applique un même protocole à différentes suspensions de Laponite (à différentes concentrations) dans le but de déterminer des lois de comportement à l'équilibre, on retrouve l'augmentation du seuil d'écoulement (issu de l'application d'un modèle d'Herschel-Bulkley) avec la concentration des suspensions. De plus, la consistance augmente aussi, indiquant que plus il y a de particules dans la suspension, plus il y a de frottements. Au contraire, l'indice de viscosité diminue, ce qui signifie que les suspensions sont de plus en plus rhéofluidifiantes (Figure II.17). Tous les résultats que nous avons obtenus montrent, comme l'a déjà mentionné Gueslin [35], que le principal paramètre à prendre en compte dans l'étude de suspensions de Laponite est la thixotropie, surtout pour de fortes concentrations. Par conséquent, dans tous nos futurs protocoles (pour la détermination des lois rhéo-optiques et pour les mesures dans la grande cellule de cisaillement), nous appliquerons un fort précisaillement afin de limiter au maximum les effets de thixotropie des suspensions.

Pour la suite, nous nous concentrons sur deux suspensions : celle à une concentration pseudo-massique de 2,2% et celle à 2,7%. Ceci nous permettra d'étudier des suspensions avec différents comportements : une suspension présentant un faible seuil d'écoulement et une thixotropie modérée et l'autre suspension qui a une importante contrainte seuil et un comportement fortement thixotrope.

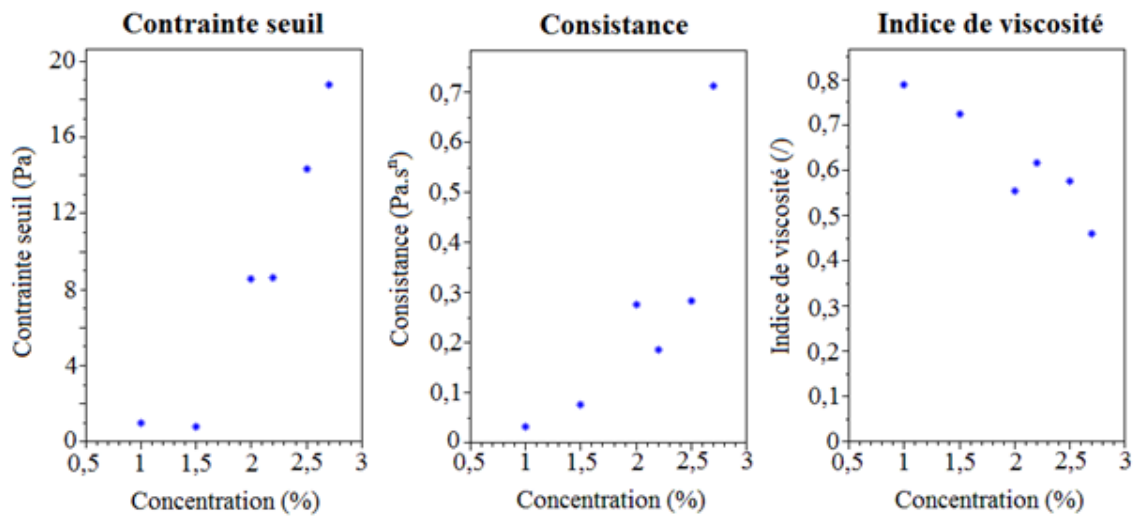


FIGURE II.17 – Évolution de la contrainte seuil, de la consistance et de l'indice de viscosité en fonction de la concentration des suspensions de Laponite. Toutes les valeurs sont obtenues en appliquant un modèle d'Herschel-Bulkley aux mesures.

## Chapitre III

# Les méthodes optiques expérimentales

Ce troisième chapitre est consacré aux deux méthodes optiques que nous utilisons au cours de cette thèse : la photoélasticimétrie et la vélocimétrie par images de particules (PIV). L'objectif de ce chapitre est de décrire le traitement utilisé pour obtenir les résultats présentés dans les chapitres suivants.

Nous commençons par présenter les dispositifs expérimentaux, à la fois pour la détermination des lois rhéo-optiques et pour les mesures dans la grande cellule de cisaillement. Dans une deuxième partie, nous décrivons le traitement des données pour la partie photoélasticimétrie. En premier lieu, nous calculons le facteur de grandissement. Ensuite, nous traitons le cas des solutions de Milling Yellow (fluides très biréfringents), puis celui des suspensions de Laponite (fluides peu biréfringents). Dans une troisième partie, nous nous concentrons sur le traitement des données de PIV dans la grande cellule de cisaillement. Nous commençons par détailler l'étape de calibration de la caméra avant de spécifier les réglages nécessaires au bon déroulement des mesures de PIV, avec les différentes vérifications qui peuvent être faites à ce moment-là sur la qualité des mesures et du traitement jusqu'à l'exploitation finale des résultats.



### III.1 Les dispositifs expérimentaux

Nous présentons ici les deux dispositifs expérimentaux dont nous disposons : un pour la détermination des lois rhéo-optiques (Chapitre IV) et un pour les mesures dans la grande cellule de cisaillement (Chapitre V) (ce montage est adapté aux fluides étudiés comme nous allons le voir plus loin).

#### III.1.1 La détermination des lois rhéo-optiques

Pour déterminer les lois rhéo-optiques, nous devons associer à un rhéomètre tout un dispositif optique (Figure III.1).

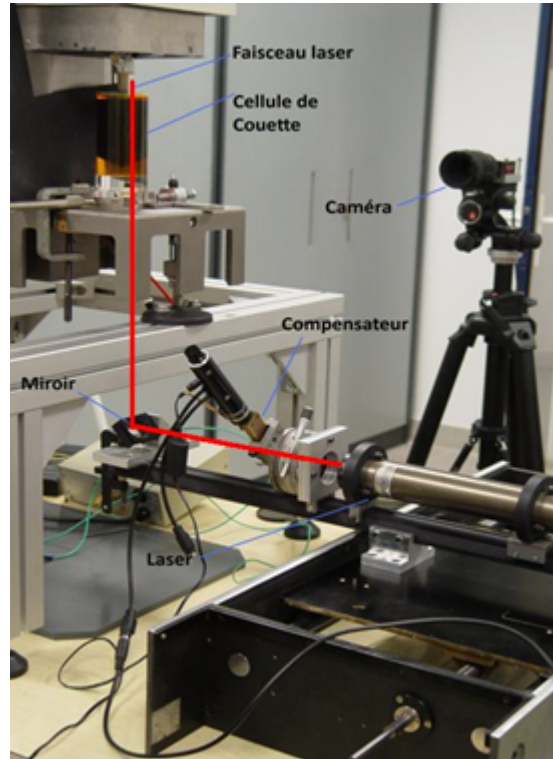


FIGURE III.1 – Montage expérimental pour la détermination des lois rhéo-optiques.

Ce dispositif expérimental est composé d'un rhéomètre à contrainte imposée (Rheometric Scientific SR5). La géométrie utilisée est une géométrie à cylindres coaxiaux car elle permet de connaître la répartition de contraintes partout dans l'entrefer (Chapitre I). De plus, la cellule de Couette qui est de grande taille, le rayon du cylindre extérieur est de 25 mm pour une hauteur de 100 mm, a été fabriquée tout spécialement dans un matériau transparent pour pouvoir réaliser des mesures optiques. Dans un premier temps, le cylindre extérieur était en PMMA (Polyméthacrylate de méthyle). Toutefois, nous nous sommes aperçus de la présence de contraintes résiduelles emprisonnées dans le fond lors de sa fabrication. Pour limiter l'impact de ces contraintes sur nos mesures, il a été remplacé par un fond en verre. Nous utilisons deux cylindres intérieurs en PEEK (Polyétheréthercétone), peints en noir (pour permettre un meilleur contraste lors de l'observation des franges). L'un est utilisé pour réaliser des mesures en entrefer mince ( $R_{int} = 23$  mm et  $H = 69,1$  mm) alors que le second permet de réaliser des mesures en entrefer large ( $R_{int} = 15$  mm et  $H = 82$  mm).



Nous disposons d'une table de déplacement qui permet de réaliser des mesures à différents rayons dans l'entrefer de la cellule de Couette. Sur cette table de déplacement sont disposés un laser, un compensateur de Bravais et un miroir. Le laser est un laser He-Ne polarisé (Spectra Physics modèle 105), continu, de longueur d'onde  $\lambda = 632,8 \text{ nm}$  et d'une puissance de 10 mW. En sortie de laser, le faisceau lumineux passe par le compensateur de Bravais, si nécessaire comme nous le verrons un peu plus loin dans ce chapitre. Celui-ci est un biréfringent additionnel d'épaisseur variable qui est utilisé pour créer un déphasage dans la technique de décalage de phase [25]. Pour permettre ce décalage, le compensateur doit être orienté à  $45^\circ$  par rapport à la direction de polarisation de la source lumineuse. Le faisceau vient ensuite impacter sur un miroir incliné à  $45^\circ$  afin d'être redirigé dans le sens longitudinal de la cellule de Couette permettant ainsi une observation des franges sur toute la hauteur du cylindre intérieur.

Enfin, les acquisitions sont faites avec une caméra CCD (Allied Marlin) dont les caractéristiques sont les suivantes :

- taille du capteur =  $6,5 * 4,8 \text{ mm}^2$ ,
- taille d'un pixel =  $4,65 \text{ }\mu\text{m}$ ,
- résolution de l'image =  $200 * 700 \text{ pixels}$ .

Cette caméra est munie d'un objectif de 50 mm avec une ouverture f4.

### III.1.2 Les mesures dans la grande cellule de cisaillement

L'idée des mesures dans la grande cellule de cisaillement est de réaliser simultanément des mesures de PIV et de photoélasticimétrie. Pour ce faire, nous disposons d'une cellule de cisaillement composée d'une cuve en PMMA, d'un diamètre de 350 mm, et d'un plateau supérieur aussi en PMMA d'un diamètre de 336 mm. La cuve étant fixe, le cisaillement est réalisé par la rotation du disque supérieur (Figure III.2).

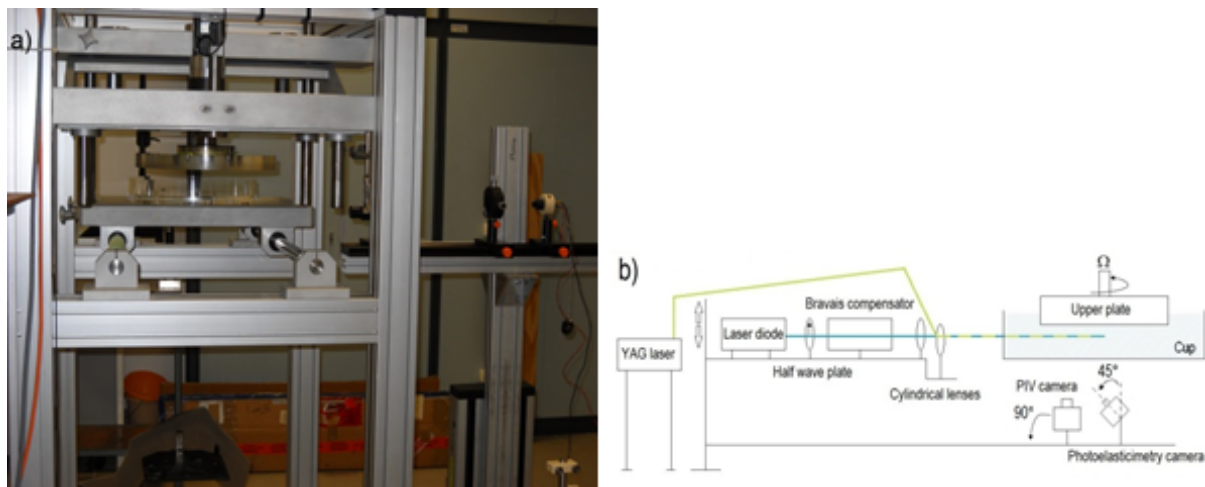


FIGURE III.2 – a) Cellule de cisaillement. b) Représentation schématique du montage expérimental pour les mesures couplées dans la grande cellule de cisaillement. Schéma extrait de [30].

Les acquisitions pour la photoélasticimétrie sont faites avec une caméra CCD (Allied Marlin) dont les caractéristiques sont les suivantes :

- taille du capteur =  $6,5 * 4,8 \text{ mm}^2$ ,
- taille d'un pixel =  $4,65 \text{ }\mu\text{m}$ ,
- résolution de l'image =  $1392 * 1040$  pixels.

Cette caméra est munie d'un objectif de 14 mm avec une ouverture f5.6. Elle est inclinée à  $45^\circ$  par rapport à la verticale. Cette inclinaison est déterminée en fonction de la direction de polarisation de la source lumineuse de telle sorte que le paramètre isocline  $\alpha$  soit éliminé (Chapitre I). Les acquisitions de PIV sont faites avec une seconde caméra CCD (Lavision) dont les caractéristiques sont les suivantes :

- taille du capteur =  $16,1 * 16,1 \text{ mm}^2$ ,
- taille d'un pixel =  $7,4 \text{ }\mu\text{m}$ ,
- résolution de l'image =  $2048 * 2048$  pixels.

Cette caméra est munie d'un objectif de 50 mm avec une ouverture f8. Elle est placée à la verticale sous la cuve. Ceci permet d'avoir une zone de visualisation qui couvre au moins un rayon entier (du disque supérieur) sans que l'image ne soit trop déformée (à cause des distorsions).

L'utilisation d'un objectif de faible distance focale (inférieure à 50 mm) peut créer des distorsions radiales sur les images [33]. Pour les acquisitions de PIV, nous souhaitons limiter ces distorsions dès le départ car nous récupérons les données pour tout le champ de visualisation. Au contraire, pour les acquisitions de photoélasticimétrie, seul un rayon nous intéresse, ce qui nous permet de moins nous soucier des distorsions d'images au moment des acquisitions.

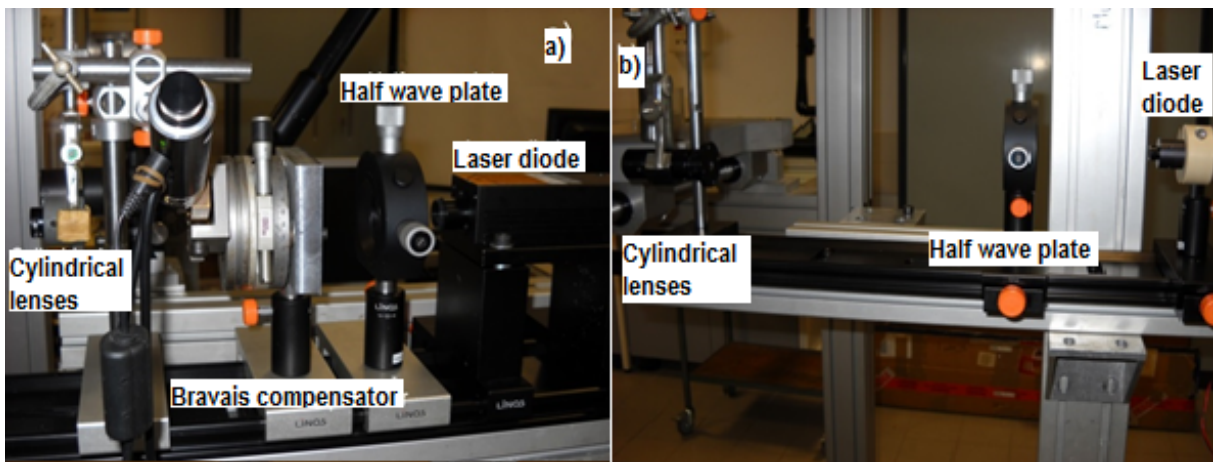


FIGURE III.3 – Zoom sur la partie optique du montage dans le cas a) des suspensions de Laponite et b) de la solution pure de Milling Yellow.

Le dispositif optique pour la partie photoélasticimétrie (Figure III.3 a) est composé d'une diode laser (CNI Laser) continue de longueur d'onde  $\lambda_1 = 473 \text{ nm}$  et de puissance nominale 150 mW. Le faisceau en sortie est polarisé et sa direction de polarisation peut être modifiée grâce à l'utilisation d'une lame demi-onde. Ensuite, le faisceau lumineux passe par le compensateur de Bravais (orienté à  $45^\circ$  par rapport à la direction de polarisation de la source lumineuse) puis est élargi à l'aide d'une lentille cylindrique pour obtenir un plan laser parallèle au fond de la cuve et au disque supérieur.

Pour les mesures de PIV, le dispositif est plus simple. Il consiste en un laser Nd-YAG (Quantel)

de longueur d'onde  $\lambda_2 = 532$  nm et d'énergie maximale  $2 * 120$  mJ. Le faisceau est amené jusqu'à deux lentilles cylindriques grâce à un bras optique. La position des lentilles peut être ajustée pour que les deux plans laser (PIV et photoélasticimétrie) soient coplanaires. L'utilisation de deux longueurs d'onde différentes permet de réaliser des mesures simultanées du moment qu'un filtre passe-bande (532 nm) est utilisé sur la caméra pour les acquisitions de PIV.

Dans le cas particulier de la solution de Milling Yellow, ce montage optique est modifié (Figure III.3 b). En effet, cette solution qui est de couleur jaune-orangée ne nous permet pas de réaliser des mesures de PIV avec le laser Nd-YAG. Il nous faut alors un laser dont la longueur d'onde est proche du jaune-orangé. De plus, la solution de Milling Yellow étant très diffusante et absorbante, nous pouvons obtenir des mesures correctes que sur une zone plus restreinte (à la fois en profondeur et en épaisseur), ce qui explique que nous ayons diminué la résolution de l'image. Enfin, ce fluide étant très biréfringent, l'utilisation de la technique de décalage de phase n'est pas nécessaire et une seule caméra est alors suffisante pour réaliser à la fois les mesures de PIV et de photoélasticimétrie. Celle-ci est une caméra CCD (Jai) dont les caractéristiques sont les suivantes :

- taille du capteur =  $15,15 * 15,15$  mm<sup>2</sup>,
- taille d'un pixel =  $7,4$   $\mu$ m,
- résolution de l'image =  $500 * 2048$  pixels.

La caméra est placée à la verticale sous la cuve permettant ainsi des mesures sur un rayon du plateau supérieur. Elle est munie d'un objectif de 50 mm avec une ouverture f1.8.

La diode laser (Power Technology) est un laser continu de longueur d'onde  $\lambda = 658$  nm et puissance nominale 100 mW. Le faisceau lumineux passe par la lame demi-onde et est ensuite élargi à l'aide de deux lentilles cylindriques.

Enfin, l'ensemble caméra/laser (avec tout le dispositif optique) est monté sur une table de déplacement trois axes. Ceci permet de réaliser des mesures pour différents plans dans la cellule de cisaillement.

## III.2 La photoélasticimétrie

Concentrons-nous maintenant sur la photoélasticimétrie. Nous allons, dans un premier temps, calculer le facteur de grandissement dans le cas de la cellule de Couette et dans le cas de la grande cellule de cisaillement. Ensuite, nous détaillons le traitement utilisé pour obtenir les résultats présentés pour le Milling Yellow et les suspensions de Laponite dans les chapitres suivants.

### III.2.1 Le calcul du facteur de grandissement

Pour cette technique de mesure, il y a deux types de calibration de la caméra qui sont faits puisque nous utilisons la photoélasticimétrie dans la cellule de Couette (Chapitre IV) et dans la grande cellule de cisaillement (Chapitre V). La calibration est une étape importante car elle permet de faire le lien entre les distances (en pixel) vues par la caméra et les distances réelles (en mm) par l'intermédiaire d'un facteur de grandissement.

Considérons en premier lieu le cas de la cellule de Couette (pour la détermination des lois

rhéo-optiques). La caméra est placée à une certaine distance (à environ 1,20 m) de la cellule de Couette de sorte que l'image enregistrée par la caméra corresponde à la hauteur du cylindre intérieur.

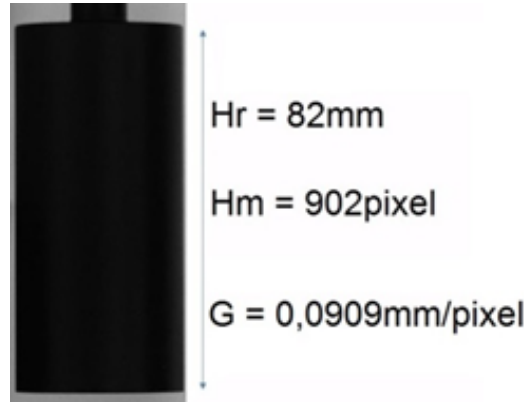


FIGURE III.4 – Image du cylindre intérieur enregistrée par la caméra dans le cas des mesures dans la cellule de Couette, avec les hauteurs réelle et mesurée du cylindre intérieur.

Le facteur de grandissement ( $G$ ) est obtenu (Équation III.1) en faisant le rapport entre la hauteur réelle du cylindre intérieur ( $H_r$ ) et la hauteur mesurée ( $H_m$ ) sur l'image enregistrée (Figure III.4).

$$G = \frac{H_r}{H_m} \quad (\text{III.1})$$

Dans le cas de la grande cellule de cisaillement, la calibration n'est pas aussi rapide que le simple calcul d'un facteur de grandissement unique. Il y a deux étapes à respecter :

- la détermination de la position du centre géométrique du disque supérieur. Ceci va nous permettre par la suite de recalculer toutes nos mesures pour qu'elles aient toutes une même origine de repère : le centre géométrique du disque supérieur.
- la détermination des facteurs de grandissement.

Dans ce cas, la calibration peut se faire grâce à une mire plastifiée qui est fixée sur le disque supérieur avec du ruban adhésif et plongée dans le fluide à étudier (Figure III.5). Cette mire est composée de points noirs (de diamètre 3 mm), placés aux nœuds d'un maillage carré de 10 mm de côté, sur un fond blanc.

La première étape qui consiste à déterminer la position du centre de rotation du disque supérieur est réalisée en prenant cinq images de cette mire dont la position est changée par une rotation du disque supérieur entre chaque image. En repérant la position d'un maximum de points communs aux cinq images (Figure III.6), une matrice de rotation peut être obtenue, ce qui permet de déterminer la position d'un point fixe qui correspond au centre de rotation du disque supérieur et qui peut être assimilé au centre géométrique de ce disque.

En ce qui concerne la seconde étape, deux choix sont possibles. Soit on se sert de la mire pour corriger les distorsions d'images et après on cherche à obtenir un facteur de grandissement unique pour toute l'image, soit on détermine différents facteurs de grandissement sur un rayon donné

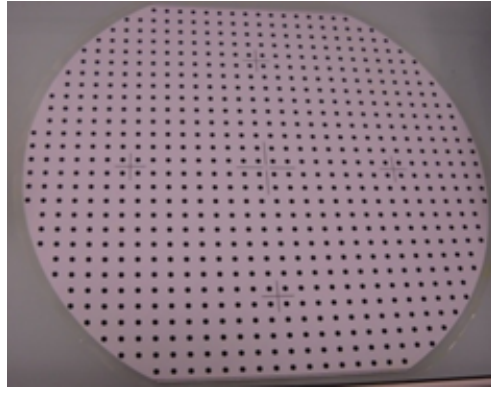


FIGURE III.5 – Photographie de la mire utilisée pour la calibration des caméras dans la grande cellule de cisaillement.

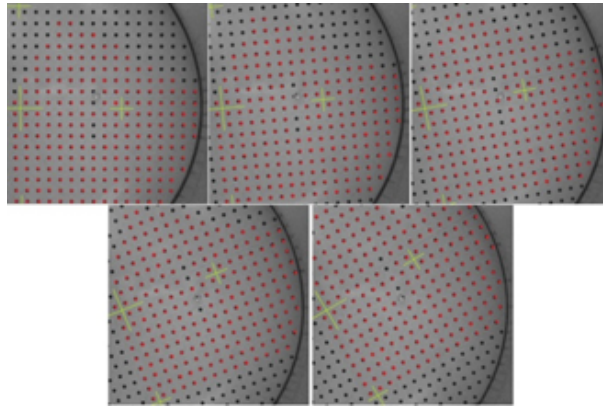


FIGURE III.6 – Images de la mire de calibration avec en rouge tous les points communs aux cinq images.

du disque supérieur, choix qui est possible que si les distorsions sont faibles. Nous vérifions tout d'abord que nous sommes dans le cas où il y a peu de distorsions (Figure III.7)

Ensuite, en prenant en compte la géométrie de notre cuve (surface d'entrée du laser courbe), il est évident que le chemin optique de la lumière qui traverse notre fluide est différent suivant le point d'entrée dans le fluide. Il va donc falloir que nous choissions un chemin sur lequel faire notre analyse. Or, le chemin le plus simple est celui passant par l'axe d'émission de la diode laser et le centre géométrique de la cellule de cisaillement. Ceci implique que nous ne pouvons obtenir des informations que sur un rayon donné. C'est pourquoi nous avons choisi, dans ce cas-ci, la seconde solution (le grandissement variable). Pour déterminer les différents facteurs de grandissement, nous nous plaçons sur le rayon vertical central. Ensuite, nous repérons la position des différents points (en pixel) sur ce rayon, ce qui nous permet de définir autant de facteurs de grandissement qu'il y a de couples de points sur la verticale.

Sachant que dans la grande cellule de cisaillement nous réalisons des mesures dans plusieurs plans horizontaux, ces deux étapes de calibration de la caméra doivent être faites pour chacun des plans et pour chaque fluide étudié.



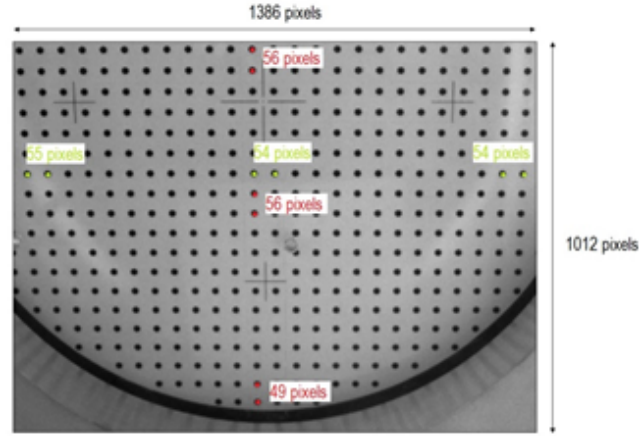


FIGURE III.7 – Essai de mesure des distorsions sur une image de la mire prise par la caméra dans la grande cellule de cisaillement.

### III.2.2 L'analyse d'images de photoélasticimétrie

Au cours de ce travail, deux fluides sont étudiés. La réponse optique de ces deux fluides à un même champ de contraintes n'est pas la même et dépend de leurs propriétés de biréfringence. Ainsi nous nous sommes confrontés à deux situations et donc deux traitements. Tout d'abord, nous nous concentrons sur le cas d'une solution de Milling Yellow, qui est un fluide aux propriétés optiques bien prononcées, puis c'est au tour des suspensions de Laponite d'être étudiées (ces fluides étant peu biréfringents).

#### III.2.2.1 Le cas d'un fluide très biréfringent

Un exemple de fluide très biréfringent auquel nous nous intéressons dans cette thèse est une solution de Milling Yellow. En effet, elle est classée dans cette catégorie car même pour un faible champ de contraintes, de nombreuses franges d'interférence peuvent être observées (Figure III.8)

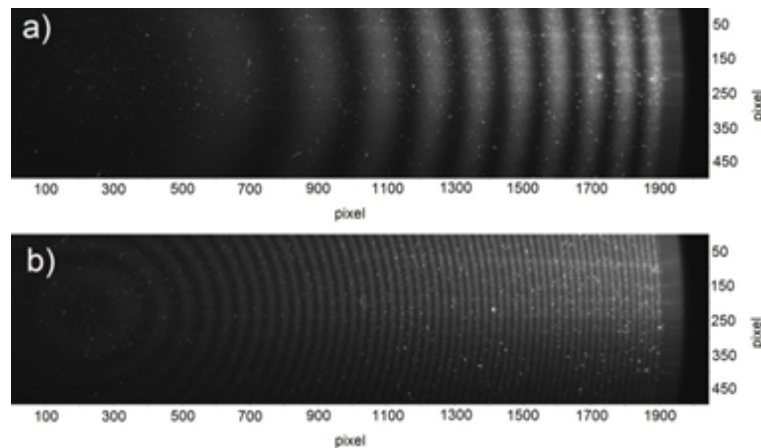


FIGURE III.8 – Visualisation des franges d'interférence dans la grande cellule de cisaillement, pour une solution pure de Milling Yellow et un faible champ de contraintes, correspondant à une vitesse de rotation du disque supérieur de a) 0,25 tr/min et b) 2 tr/min.

Ce que nous souhaitons déterminer ici, c'est la densité de franges ( $k/e$ ) observée pour un champ de contraintes donné. Pour ce faire, nous enregistrons une image des franges pour chacun des

champs de contraintes souhaités. Ensuite, il y a deux cas possibles : soit le champ de contraintes est homogène dans toute la zone de visualisation, soit il ne l'est pas. Dans tous les cas, nous considérons que nous sommes en régime établi et que par conséquent, il n'y a pas d'évolution temporelle du champ de contraintes.

- Cas d'un champ de contraintes homogène

Dans le cas d'un champ de contraintes homogène, comme ce que nous pouvons avoir dans la cellule de Couette (Chapitre IV) où nous appliquons une contrainte constante pour un rayon donné sur toute la hauteur du cylindre, il n'est pas nécessaire d'avoir recours à des techniques sophistiquées pour déterminer la densité de franges. En effet, si le champ de contraintes est homogène, alors la densité de franges est constante. Afin de la calculer, il suffit donc, sur une distance connue, de compter visuellement (manuellement) les franges présentes sur l'image. Cette tâche étant assez fastidieuse et pouvant entraîner des erreurs non négligeables (la densité de franges est alors connue  $\pm 1/e \text{ fr.mm}^{-1}$ ,  $e$  étant la distance sur laquelle est déterminée la densité de franges), cette méthode de détermination peut être remplacée par celle que nous allons voir dans le cas d'un champ de contraintes variable.

- Cas d'un champ de contraintes variable

Nous rencontrons ce cas pour les mesures couplées dans la grande cellule de cisaillement (Chapitre V). En effet, dans cette cellule, le cisaillement varie sur un rayon ce qui implique une variation de la densité de franges sur ce rayon. Il n'est alors plus possible de compter directement les franges. Une solution pour déterminer la densité de franges consiste alors à se dire que l'apparition des franges est due à une variation de l'intensité lumineuse diffusée. On a alors :

$$I = I_0 \left[ 1 - \sin^2(2\alpha(x, y)) \sin^2 \left( \frac{\varphi(x, y)}{2} \right) \right] \quad (\text{III.2})$$

Le but de ce traitement est de déterminer en chaque point  $(x, y)$  de l'image le paramètre isochrome ( $\varphi$ ), qui est directement lié au nombre de franges observées, par l'intermédiaire de l'intensité lumineuse diffusée ( $I$ ) de chacun des points de l'image (Figures III.9 a et III.10 a). Cette intensité lumineuse diffusée est aussi fonction de l'amplitude des franges ( $I_0$ ) et du paramètre isocline ( $\alpha$ ). Ainsi, le paramètre isochrome est obtenu en appliquant une transformée de Fourier rapide [82] pour récupérer le signal dans l'espace spectral et en tirer le paramètre qui nous intéresse.

L'ordre de franges (c'est-à-dire le nombre de franges observées) est obtenu en "déroulant" le paramètre isochrome (Figures III.9 b et III.10 b). Cela signifie qu'à chaque fois qu'il y a un saut de  $2\pi$  dans l'évolution de ce paramètre (indiquant le changement de frange), une constante de  $2\pi$  est ajoutée au paramètre isochrome afin d'obtenir une évolution continue et croissante qui nous fournit le nombre de franges présentes sur l'image.

Comme nous pouvons le voir (Figure III.10 a), il se peut que certains points de mesure ne soient pas corrects, à cause de la présence de bulles d'air pendant les expérimentations, ce qui a pour conséquence un défaut dans le déroulement du paramètre isochrome (Figure III.10 b). Dans ce cas, sachant que l'évolution doit être continue, nous pouvons appliquer un panneau glissant qui aura pour but de lisser cette discontinuité. On obtient ainsi une nouvelle évolution de l'ordre

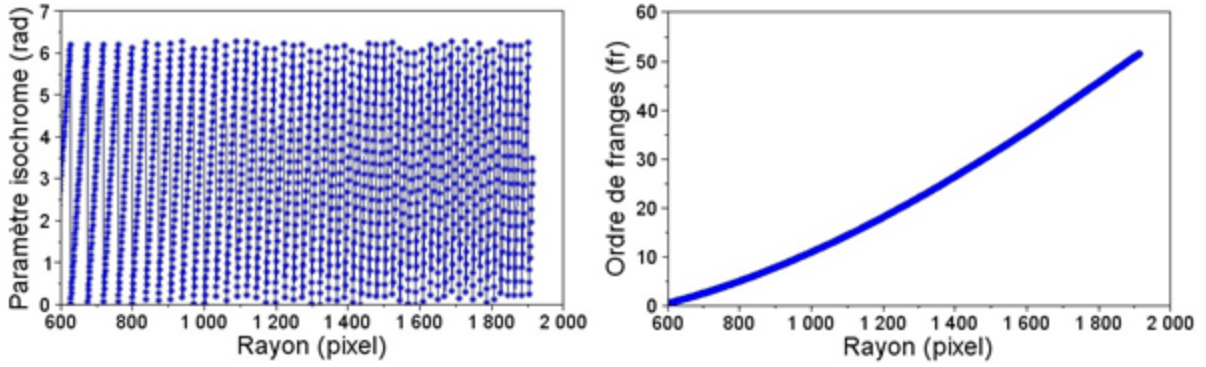


FIGURE III.9 – a) Évolution du paramètre isochrome sur un rayon particulier de la grande cellule de cisaillement, pour une vitesse de rotation de 2 tr/min. b) Évolution de l'ordre de franges associé à ce paramètre isochrome.

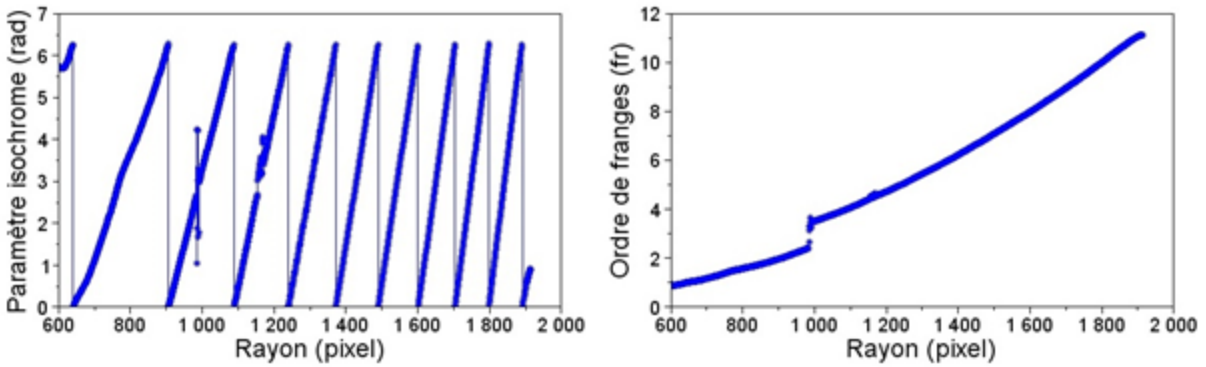


FIGURE III.10 – a) Évolution du paramètre isochrome sur un rayon particulier de la grande cellule de cisaillement, pour une vitesse de rotation de 0,25 tr/min. b) Évolution de l'ordre de franges associé à ce paramètre isochrome.

de franges en fonction du rayon (Figure III.11).

Enfin, la densité de franges est obtenue en chaque point en calculant la pente locale de la courbe (évolution de l'ordre de franges en fonction du rayon).

### III.2.2.2 Le cas d'un fluide peu biréfringent

Un matériau peu biréfringent est un matériau pour lequel il est possible d'avoir moins d'une frange visible dans la zone de visualisation (Figure III.12). C'est notamment le cas des suspensions de Laponite.

Pour ces fluides, il n'est alors plus possible d'utiliser le même traitement que pour les solutions de Milling Yellow. Dans ce cas, nous utilisons une technique de décalage de phase [25]. C'est une technique qui présente le double avantage de permettre la détermination du paramètre isochrome en chaque point mais aussi (et surtout) d'accroître la résolution [16, 89, 59, 101]. En effet, elle consiste à ajouter un déphasage ( $\theta$ ) connu et contrôlé à la phase ( $\varphi$ ). Les différentes valeurs de déphasage entraînent un décalage des franges les unes par rapport aux autres (Figure III.13).



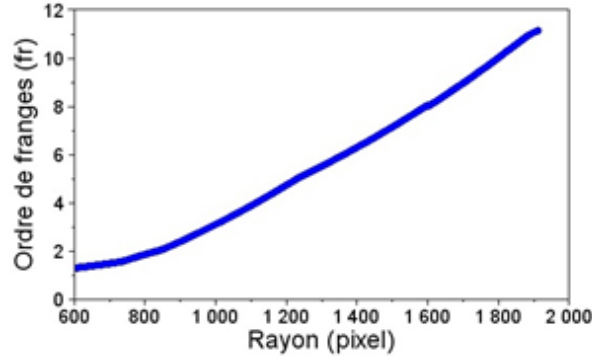


FIGURE III.11 – Évolution de l'ordre de franges en fonction du rayon après l'application d'un panneau glissant pour une vitesse de rotation de 0,25 tr/min.

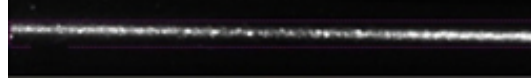


FIGURE III.12 – Visualisation dans le cas d'un fluide peu biréfringent (suspension de Laponite).

L'intensité lumineuse diffusée dépend alors de la valeur de ce déphasage (Équation III.3) ainsi que l'amplitude des franges ( $I_0$ ), du paramètre isocline ( $\alpha$ ) et du paramètre isochrome ( $\varphi$ ).

$$I(\theta) = I_0 \left[ 1 - \sin^2(2\alpha(x, y)) \sin^2 \left( \frac{\varphi(x, y) + \theta}{2} \right) \right] \quad (\text{III.3})$$

Pour utiliser cette technique, il faut alors prendre plusieurs images, chacune correspondant à une valeur de déphasage. Dans notre étude, que ce soit dans la cellule de Couette ou dans la grande cellule de cisaillement, nous prenons 16 images des franges. Plus le nombre d'images est important, meilleure est la détermination du paramètre isochrome. En effet, celui-ci est déterminé en chaque point par l'application d'une transformée de Fourier rapide sur l'évolution de l'intensité lumineuse diffusée (Équation III.4).

$$\frac{\varphi(x, y)}{2} = \arctan \left[ \frac{-\text{Im}(\text{FFT}(I(\theta)))}{\text{Re}(\text{FFT}(I(\theta)))} \right] \quad (\text{III.4})$$

Toutefois, il faut rester raisonnable pour éviter des temps d'acquisition trop longs (pour prendre 16, il faut déjà environ 45 secondes) afin de s'assurer qu'il n'y ait pas d'évolution temporelle du paramètre isochrome.

Le traitement des images dans le cas des suspensions de Laponite se fait à l'aide d'un logiciel développé par l'équipe PEM (Photomécanique et Analyse Expérimentale en Mécanique des Solides) de l'Institut Pprime. La première étape consiste à appliquer un masque sur les images pour ne traiter que la zone qui nous intéresse (Figure III.14).

L'étape suivante est le calcul automatique du paramètre isochrome en chacun des points de la zone à traiter (Équation III.4), ce qui nous fournit les évolutions suivantes (Figure III.15).

Bien que le signal soit bruité, l'évolution du paramètre isochrome est facilement identifiable.

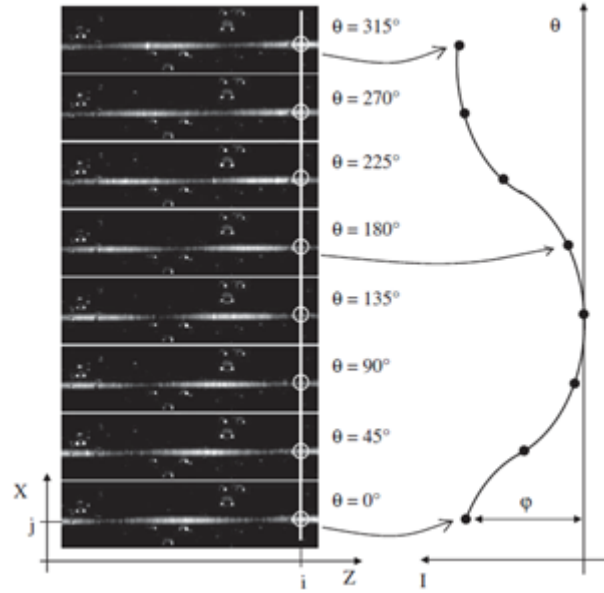


FIGURE III.13 – Images de franges après l'application de différents déphasages. Figure issue de [25].

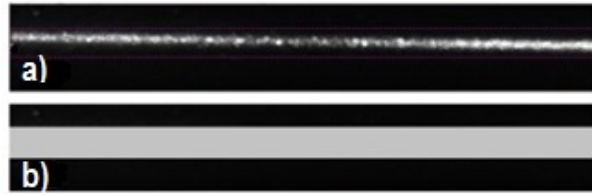


FIGURE III.14 – a) Image enregistrée par la caméra. b) Position du masque recouvrant la zone à traiter.

Il varie entre  $-\pi$  et  $+\pi$  et le passage de la valeur maximale à la valeur minimale indique le changement de franges. La dernière étape consiste à recaler le paramètre isochrome en le déroulant (comme ce qui peut être fait dans le cas d'un fluide très biréfringent) afin d'obtenir une évolution continue (Figure III.16).

Il se peut qu'à la fin de ce traitement, il reste des valeurs aberrantes, elles ne seront donc pas prises en compte dans le calcul de la densité de franges. Par contre, il peut aussi y avoir des problèmes lors du recalage du paramètre isochrome (notamment dans le cas d'un champ de contraintes appliqué faible) entraînant des discontinuités dans son évolution. Ces problèmes sont principalement dus à des perturbations lors des mesures comme la présence de bulles d'air. La solution, dans ce cas, consiste à faire un second recalage manuellement en décalant toutes les valeurs concernées de  $\pm 2\pi$ , ce qui a pour effet l'obtention d'une courbe continue.

Enfin, la densité de franges souhaitée correspond à la pente globale de la droite ainsi obtenue dans le cas d'un champ de contraintes homogène ou à la pente locale de la courbe si le champ de contraintes est hétérogène.

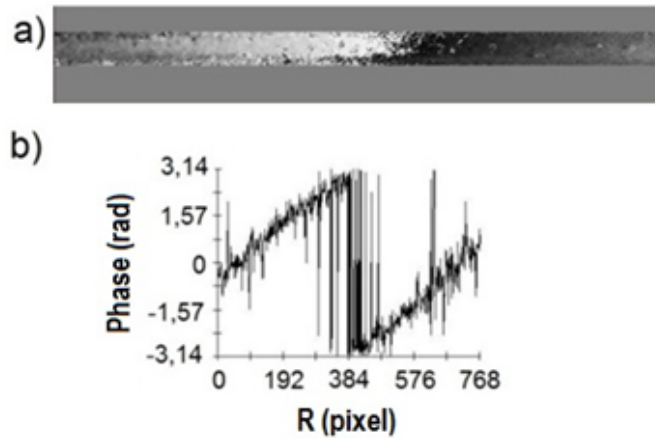


FIGURE III.15 – a) Visualisation du paramètre isochrome sur toute la zone traitée. b) Évolution de ce paramètre sur une ligne au centre de la zone traitée.

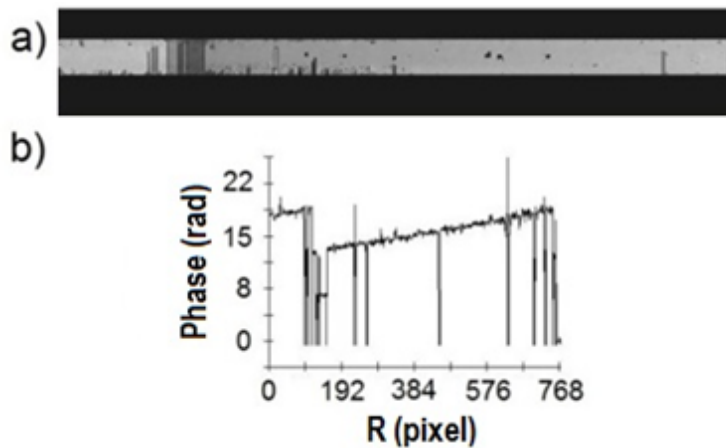


FIGURE III.16 – Évolution du paramètre isochrome après recalage a) dans toute la zone traitée, b) pour une ligne au centre de la zone traitée.

### III.3 La vélocimétrie par images de particules

Dans cette dernière partie du chapitre, nous nous intéressons à la vélocimétrie par images de particules. Tout d'abord, nous étudions la calibration de la caméra puis les réglages à faire pour réaliser les mesures. Ensuite, nous détaillons le traitement des données avant de terminer par quelques vérifications de nos mesures de vitesses.

#### III.3.1 La calibration

Nous réalisons les mesures de PIV dans la grande cellule de cisaillement donc le principe de la calibration de la caméra est proche de celui vu dans la partie photoélasticimétrie (§ III.2.1). La première étape pour déterminer la position du centre géométrique du disque supérieur est strictement identique (Figure III.6). Les différences sont dans la seconde étape. En effet, les acquisitions pour la PIV se font avec un logiciel commercial (Davis Lavis) qui permet de faire une calibration pour obtenir des valeurs de vitesses (en m/s) et de distances (en mètre). Pour cela, il suffit de prendre une image de la mire et de donner ses caractéristiques (diamètre des points, distance entre les points). Ensuite, à partir du choix de trois points, un algorithme

est utilisé pour repérer la position de chacun des points de la mire. L'application d'un modèle pinhole (modèle linéaire) permet de faire correspondre les coordonnées des points enregistrées sur l'image aux coordonnées de ces points dans un plan non déformé. Ainsi les distorsions peuvent être corrigées.

Même si le logiciel calibre toutes les images, nous pouvons récupérer les facteurs de calibration. Un exemple de ces facteurs est mis en annexe A.4, cet exemple étant pour une série de mesures. Ils sont utilisés par la suite pour recalibrer les champs de vitesses après la détermination de la position du centre géométrique (position de référence pour chaque plan de mesure qui est déterminée en pixel).

### III.3.2 Les acquisitions de PIV

Pour obtenir des mesures de vitesses correctes, il y a quelques réglages à effectuer au préalable. En premier, il faut régler la fréquence d'acquisition. C'est la fréquence à laquelle les doublets d'images sont pris. Nous décidons de régler cette fréquence pour que tous les doublets d'images (dans notre cas 25 pour les suspensions de Laponite) correspondent à 3 tours du disque supérieur. On a alors :

$$f = \frac{\Omega}{60} * \frac{N}{3} \quad (\text{III.5})$$

où  $f$  est la fréquence d'acquisition (en Hz),  $\Omega$  est la vitesse de rotation du disque supérieur (en tr/min) et  $N$  est le nombre de doublets d'images. Ceci nous donne pour des vitesses de rotation de 40 tr/min et 20 tr/min, une fréquence d'acquisition de 5,5 Hz et 2,75 Hz respectivement.

Ensuite, il faut déterminer les délais entre chaque impulsion laser. Pour ce faire, avant les mesures, quelques tests sont réalisés avec différents délais pour obtenir un déplacement de 32 pixels au 2/3 de la zone de visualisation pour chacun des plans. En effet, la vitesse variant entre une vitesse nulle au centre et une vitesse maximum sur la périphérie, il faut choisir un délai qui permette d'obtenir des résultats exploitables pour tout le champ de vision, c'est-à-dire que le déplacement des particules ne soit pas trop important par rapport à la taille de fenêtre de corrélation que nous utilisons pour calculer les vitesses (pour éviter les disparitions de particules). De plus, l'écoulement étudié se faisant entre deux plans parallèles, l'un d'eux étant fixe et l'autre en rotation constante, il y a une variation de vitesses en fonction du plan de mesure. C'est pourquoi les délais doivent être modifiés pour chacun des plans. Le tableau III.1 donne un exemple des valeurs de délais pour trois plans dans l'entrefer :  $z = 1$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 19$  mm pour deux vitesses de rotation du disque supérieur.

Vitesse de rotation (tr/min)	20	40
Fréquence d'acquisition (Hz)	2,75	5,5
$z = 1$ mm	65 000 $\mu s$	55 000 $\mu s$
$z = 10$ mm	20 000 $\mu s$	9 000 $\mu s$
$z = 19$ mm	8 750 $\mu s$	4 500 $\mu s$

TABLE III.1 – Exemples de délais laser pour trois plans dans l'entrefer,  $z = 1$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 19$  mm pour une suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,7% pour deux vitesses de rotation.

Un tableau regroupant les valeurs des délais pour chaque plan de mesure pour deux suspensions de Laponite à des concentrations pseudo-massiques de 2,2% et 2,7% est mis en annexe A.5 à titre indicatif.

De plus, la réalisation des mesures de PIV nécessite l'ensemencement du fluide à étudier. Pour cela, nous utilisons des billes de verre creuse recouvertes d'argent d'un diamètre de l'ordre de  $10\ \mu\text{m}$ . Pour avoir un ensemencement suffisant, nous devons incorporer 0,04 g de billes de verre dans les 3 litres de suspensions qui sont utilisés. Ces particules sont incorporées au fluide à l'aide d'un homogénéiseur ULTRA TURRAX T25 à 11 000 tr/min pendant 15 minutes juste avant la réalisation de la calibration dans la grande cellule de cisaillement. Malgré le meilleur choix possible (pas d'interactions chimiques avec les suspensions) parmi les traceurs que nous pouvions utiliser avec les suspensions de Laponite, pendant le précisaillement du fluide dans la cellule, les particules ont tendance à sédimenter et se regrouper sur l'axe de rotation de la cellule. Cependant, la quantité de particules incorporées au fluide permet d'avoir suffisamment de particules encore en suspension dans le fluide sans que l'on ait à intervenir et risquer ainsi de modifier la structure du fluide (surtout dans le cas des suspensions de Laponite).

### III.3.3 Le traitement des données de PIV

Le traitement des données acquises par PIV se fait avec un logiciel commercial Davis Lavision. Il peut être découpé en quatre étapes.

- L'optimisation des images pour la PIV

En observant les images acquises pour la PIV (Figure III.17 a), nous pouvons remarquer que les franges d'interférence dues à la propriété de biréfringence des fluides (suspensions de Laponite ou solution de Milling Yellow) étudiés sont présentes. Elles sont utiles pour la partie concernant la photoélasticimétrie. Cependant, pour le traitement de PIV, il vaut mieux avoir un fond avec une intensité constante, ceci dans le but de mieux repérer les particules mélangées au fluide.

Pour réaliser cette étape, nous utilisons un filtre numérique (Figure III.17 b). Celui-ci consiste à créer une image de référence dont chaque pixel correspond à l'intensité minimum de toute la série d'images. Ensuite, cette image est soustraite à chacune des images de la série de mesure (Figure III.17 c).

Remarque : Dans le cas de la solution de Milling Yellow, le filtre appliqué est légèrement différent. En effet, pour cette solution, nous observons une variation de la position des franges sur chaque image nous obligeant à changer le filtre. Par conséquent, nous avons opté pour un filtre basé sur un panneau glissant correspondant au minimum d'intensité.

- Le calcul du champ de vitesses

La première chose à faire pour calculer le champ de vitesses c'est de définir la zone de l'image à traiter. Pour cela, nous appliquons un masque pour n'étudier qu'une partie de l'image, cette partie correspondant à l'intérieur de la cellule de cisaillement. Ensuite, en utilisant une fonction de corrélation croisée, le logiciel détermine le déplacement moyen des particules dans une fenêtre d'interrogation sur un doublet d'images. Pour ce faire, il procède par étape, chacune correspondant à une taille de fenêtre différente. En effet, la détermination du déplacement se fait en affinant la taille des fenêtres (Figure III.18).

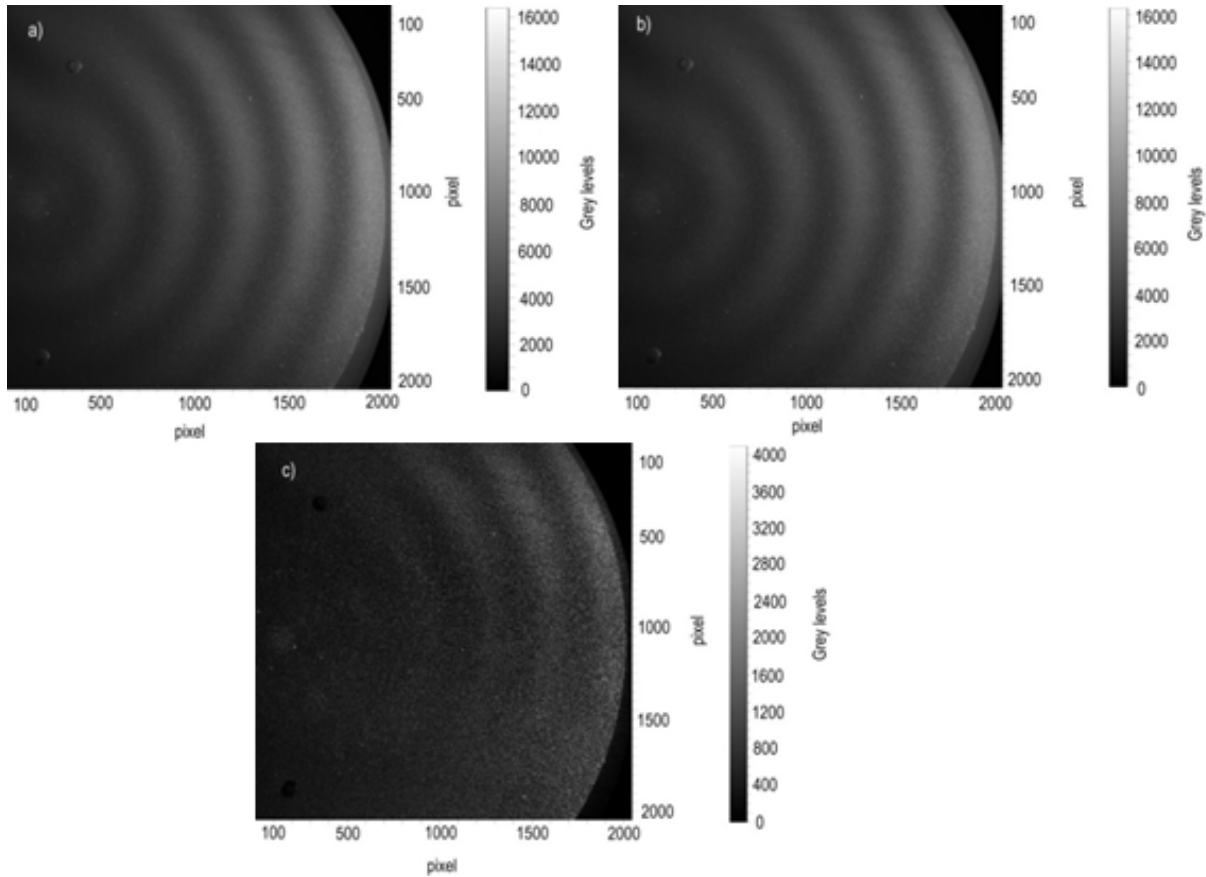


FIGURE III.17 – a) Image de PIV prise par la caméra. b) Image correspondant au minimum d'intensité de la série des images de PIV. c) Image pour le traitement une fois le minimum soustrait.

En commençant par des fenêtres de  $128 * 128$  pixels, nous obtenons une première approximation des vitesses dans la zone de visualisation. Un second passage (pour chaque taille de fenêtre) avec un recouvrement de 50% est effectué afin d'améliorer la résolution spatiale du champ de vitesses obtenu. La taille de la fenêtre est ensuite réduite petit à petit ( $64 * 64$  pixels,  $32 * 32$  pixels et enfin  $16 * 16$  pixels). Pour la plus petite fenêtre d'interrogation, une pondération est ajoutée au moment du second passage. C'est une pondération circulaire permettant de donner plus d'importance à la vitesse au centre de la fenêtre que sur les bords. Ceci permet de limiter les vecteurs aberrants dus à la disparition des particules du champ de vision de la fenêtre d'interrogation. Cette seconde étape du processus de traitement nous fournit autant de champs de vitesses instantanés qu'il y a de doublets d'images.

- Le post-traitement

Après avoir calculé les champs instantanés de vitesses, nous faisons un post-traitement. Cette étape est faite pour éliminer des vecteurs erronés. En effet, c'est à ce moment-là que les vecteurs dont la différence entre la norme de la vitesse ( $\|V\|$ ) et la vitesse moyenne des vecteurs voisins ( $V_m$ ) est supérieure à deux fois la valeur rms (root mean square) des vecteurs voisins ( $rms_V$ ) sont supprimés. La vitesse  $V_m$  correspond à la moyenne des vitesses dans toutes les fenêtres qui encadrent directement celle qui contient la vitesse que l'on cherche à déterminer. La valeur  $rms_V$ , quant à elle, est définie comme étant la racine carrée de la valeur moyenne du carré des

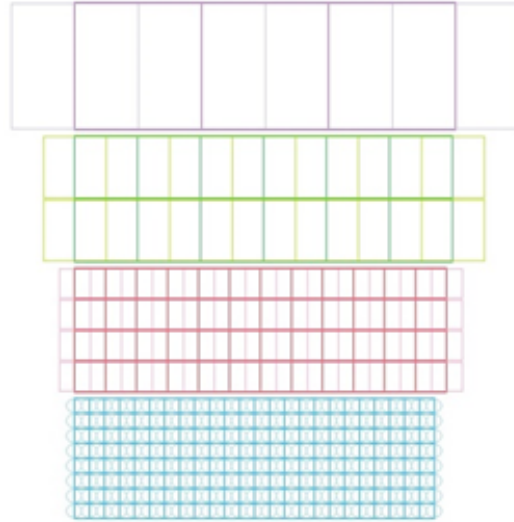


FIGURE III.18 – Schématisation de la taille des fenêtres d’interrogation avec une représentation du recouvrement de 50% et de la pondération pour le dernier passage.

vitesses dans les fenêtres voisines.

$$\|V\| - V_m > 2rms_V \quad (\text{III.6})$$

Ensuite, il est possible soit de ne pas les remplacer, soit de les remplacer par des vecteurs dont la norme correspond à la moyenne des vecteurs voisins. Sachant que nous réalisons nos mesures en régime établi et que le nombre de doublets d’images enregistrées est petit, nous optons pour la seconde solution car elle nous permet de calculer un champ moyen de vitesses tout le temps à partir de 25 champs de vitesses instantanés.

- Le calcul du champ moyen

La dernière étape du traitement consiste à moyenner tous les champs instantanés obtenus et en calculer la valeur rms. Ceci nous permet d’obtenir un champ moyen qui pourra être analysé et la valeur rms nous permet de déterminer les zones ayant la plus grande incertitude de mesure (Figure III.19).

### III.3.4 Les tests et vérifications

Une fois le traitement de PIV terminé, nous pouvons procéder à quelques vérifications et calculs supplémentaires. Premièrement, à partir des champs instantanés de vitesses, nous pouvons vérifier la convergence vers un profil moyen en fonction du nombre de doublets d’images considéré. Pour ce faire, nous allons calculer des champs moyens en rajoutant à chaque fois dans la moyenne un doublet d’images.

Ensuite, nous extrayons un profil de vitesse et nous traçons l’évolution de la vitesse moyenne en fonction du nombre de doublets d’images (Figure III.20). Nous remarquons que dans le cas de cette suspension (Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,7%) et pour cette vitesse de rotation (40 tr/min), la vitesse moyenne est constante pour 100 doublets d’images quel que soit le plan considéré. Nous avons pu vérifier que ceci est vrai pour des vitesses de rotation



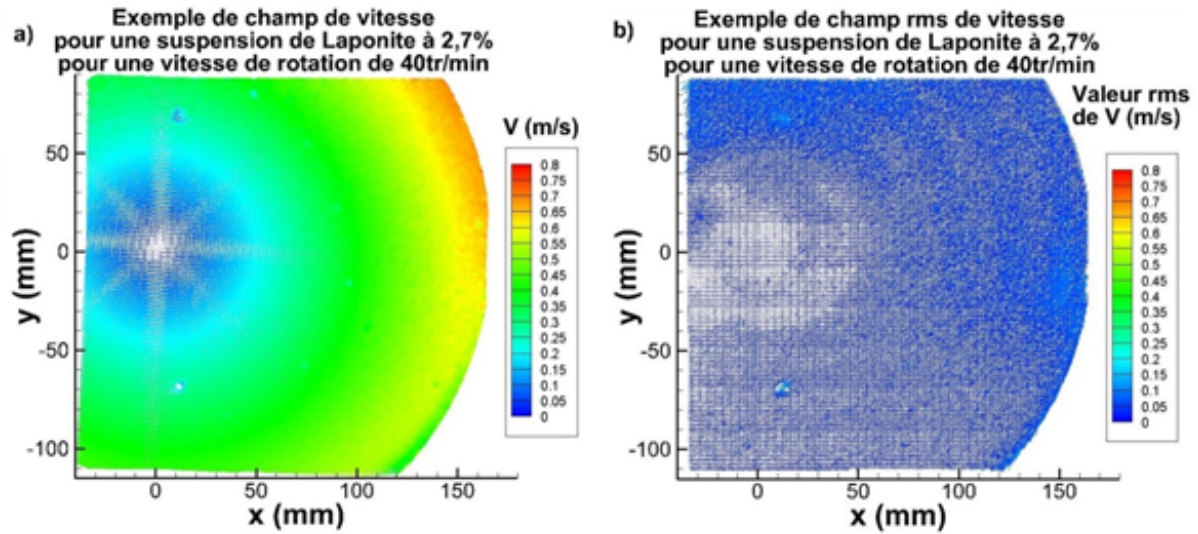


FIGURE III.19 – a) Champ moyen de vitesses. b) Champ rms associé au champ moyen de vitesses.

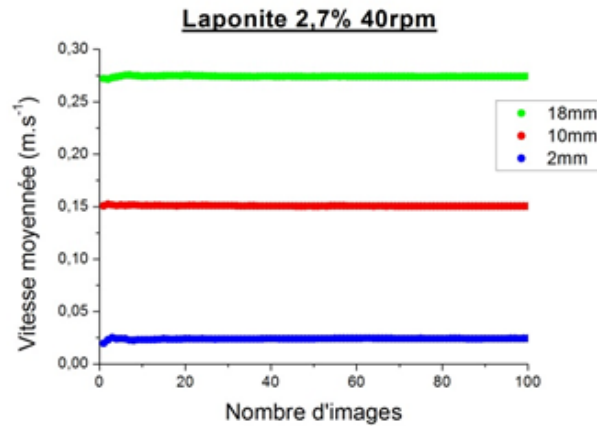


FIGURE III.20 – Vérification de la convergence de la vitesse moyenne en fonction du nombre de doublets d'images pour une suspension de Laponite à une concentration de 2,7% et pour une vitesse de rotation du disque supérieur de 40 tr/min, pour trois plans dans l'entrefer de la cellule ( $z = 2$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 18$  mm).

inférieures et pour des concentrations plus faibles. Ces courbes nous indiquent aussi que si nous souhaitons économiser de l'espace de stockage et du temps de calcul, nous pouvons prendre seulement 25 doublets d'images sans que cela ne modifie les résultats. Ceci explique pourquoi nous pouvons prendre un aussi petit nombre de doublets d'images pour nos mesures de PIV.

Deuxièmement, nous vérifions l'impact du traitement que nous utilisons sur les résultats obtenus et plus précisément la taille des fenêtres d'interrogation et l'ajout ou non d'une pondération.

Ce que nous pouvons voir ici (Figure III.21) est que la taille des fenêtres d'interrogation n'influence en rien le profil de vitesse que l'on obtient. La seule zone qui pourrait en être affectée, c'est la zone proche de l'axe de rotation (là où les vitesses sont les plus faibles voire nulles). De plus, l'ajout d'une pondération ne change pas le profil de vitesse dans le cas présenté ici. En effet, le profil que nous traçons est un profil extrait du champ moyen pour  $y = 0$  mm (Figure



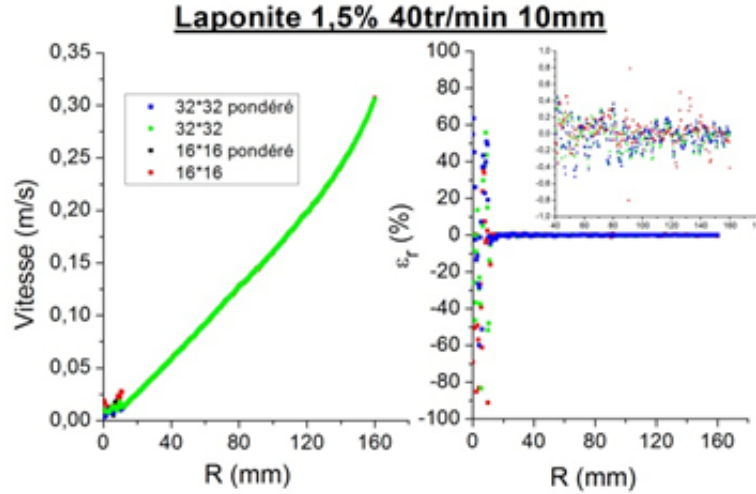


FIGURE III.21 – Vérification de l'influence du traitement utilisé sur les profils de vitesse obtenus pour une suspension de Laponite à 1,5%, pour une vitesse de rotation du disque supérieur de 40 tr/min et pour le plan médian ( $z = 10$  mm).

III.19 a), il n'est donc pas affecté par des effets de bords (particules qui apparaissent ou disparaissent de la zone de visualisation) ni par une composante tangentielle dominante. Afin de mieux quantifier les écarts entre les différents traitements, nous avons calculé les écarts relatifs (Équation III.7).

$$\varepsilon_r = \frac{mesure1 - mesure2}{mesure1} * 100 \quad (III.7)$$

Dans le cas présent, *mesure1* correspond au traitement en  $16 * 16$  pixels avec une pondération et *mesure2* correspond à chacun des autres traitements. Nous remarquons que les écarts sont plus importants près de l'axe de rotation, là où la vitesse est faible, et deviennent très rapidement inférieurs à 0,2% dès que le rayon est supérieur à 1/10 du rayon du disque supérieur. Ceci prouve bien que le traitement utilisé influence très peu (voire pas du tout) le résultat obtenu pour les profils de vitesses. Étant donné ces résultats, deux choix s'offrent à nous : soit nous utilisons un traitement qui demande moins de temps de calcul (avec une plus grande taille de fenêtre finale), soit nous utilisons le traitement un peu plus long (plus petite taille de fenêtre et pondération). Ces deux choix ont chacun leurs justifications et conduisent au même résultat en ce qui concerne les profils de vitesses. Le premier cas est bien adapté si l'on souhaite une analyse rapide du champ de vitesses. Au contraire, nous souhaitons, à partir des champs de vitesses, calculer le gradient de vitesses. Nous devons donc avoir une bonne précision de l'évolution de la vitesse en fonction du rayon (le gradient de vitesses dépendant de sa dérivée suivant le rayon). Par conséquent, nous avons choisi le traitement le plus long puisque c'est celui qui conduit à une densité de points la plus importante et donc à une meilleure précision pour le calcul du gradient de vitesses suivant le rayon.

Troisièmement, nous pouvons vérifier l'effet de la calibration sur les profils de vitesses. Nous traçons ici (Figure III.22) l'évolution de la vitesse en fonction du rayon pour trois plans dans l'entrefer de la grande cellule de cisaillement ( $z = 1$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 19$  mm) pour une

suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 1,5% et pour une vitesse de rotation du disque supérieur de 40 tr/min.

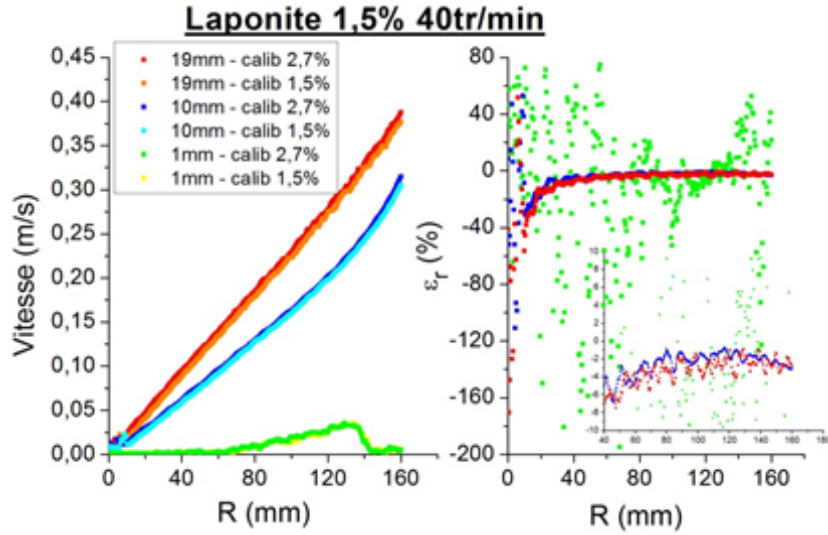


FIGURE III.22 – Vérification de l'influence de la calibration sur les profils de vitesse pour une suspension de Laponite à 1,5%, pour une vitesse de rotation du disque supérieur de 40 tr/min et pour trois plans dans l'entrefer, avec une calibration réalisée soit avec une suspension à 1,5%, soit avec une suspension à 2,7%.

Nous commençons par réaliser les calculs de vitesses avec la calibration faite avec la suspension étudiée. Ensuite, nous faisons de nouveau le calcul mais cette fois-ci avec une calibration réalisée avec une suspension de Laponite à une concentration plus élevée (de 2,7%). Nous remarquons alors que toutes les vitesses obtenues avec la seconde calibration (correspondant à une autre suspension que celle étudiée) sont supérieures aux vitesses obtenues avec la calibration réalisée avec la suspension étudiée (les écarts relatifs sont négatifs si on prend comme calibration de référence celle réalisée avec le fluide de la mesure). De plus, l'écart entre les deux profils de vitesses est d'autant plus grand que le plan considéré est proche du plateau supérieur. Ceci nous montre l'importance de réaliser une calibration pour chacun des fluides étudiés. Enfin, la calibration a un impact plus important sur les profils de vitesses que le choix du traitement puisque pour une même suspension à la même vitesse de rotation et pour le même plan, l'écart relatif entre deux traitements est de l'ordre de 0,2% alors qu'entre deux calibrations, il est de l'ordre de 3%.

Quatrièmement, les champs moyens de vitesses nous permettent de vérifier que l'écoulement est bien symétrique mais surtout la planéité de la nappe laser. En effet, la comparaison entre différents profils extraits à partir d'un même plan permet de déterminer *a posteriori* si la nappe laser était bien parallèle aux deux plateaux de la cellule de cisaillement et si le champ de vitesses obtenu est symétrique. Afin de vérifier ces deux points, nous considérons différents profils (Figure III.23) extraits du plan médian pour une suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,7% pour une vitesse de rotation du disque supérieur de 40 tr/min.

Nous remarquons que tous les profils coïncident ce qui confirme la symétrie de l'écoulement. Pour confirmer la planéité de la nappe laser, nous calculons en plus, l'écart relatif entre les différents profils extraits et le profil à 0° (profil de référence). Nous constatons tout d'abord que

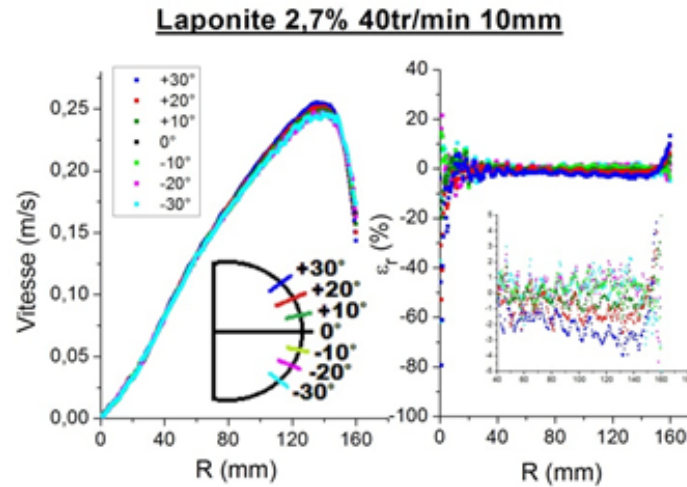


FIGURE III.23 – Vérification de la planéité de la nappe laser et de la symétrie de l'écoulement pour une suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,7%, pour une vitesse de rotation du disque supérieur de 40 tr/min et pour le plan médian ( $z = 10$  mm).

ces écarts sont toujours inférieurs à 3%. Toutefois, pour les profils à  $+30^\circ$ ,  $+20^\circ$  et  $+10^\circ$ , nous obtenons des écarts relatifs négatifs, ce qui signifie que ceux-ci surestiment légèrement la vitesse. Par contre, pour les profils à  $-10^\circ$ ,  $-20^\circ$  et  $-30^\circ$ , l'inverse se produit, c'est-à-dire que la vitesse est sous-estimée puisque l'écart relatif est positif. Ceci nous indique donc que malgré la précision de nos réglages, la nappe laser n'est pas parfaitement plane. Le profil le moins influencé est alors le profil à  $0^\circ$  qui sera donc le profil que nous considérerons par la suite.

Cinquièmement, étant donné que différentes séries de mesures ont été réalisées, nous pouvons vérifier la répétabilité des mesures de vitesses sur des suspensions de Laponite. Sachant qu'il peut y avoir des problèmes de répétabilité des mesures avec ces suspensions (dus à des préparations différentes et aux propriétés de thixotropie de ces suspensions), nous cherchons ici (Figure III.24) à savoir si nous pouvons obtenir les mêmes résultats de vitesses pour deux séries de mesures de PIV réalisées à des périodes différentes avec des suspensions préparées à des dates différentes. Nous prenons l'exemple de deux suspensions de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,7% pour une vitesse de rotation du disque supérieur de 40 tr/min, les deux suspensions ayant le même âge.

Les deux essais sont réalisés dans les mêmes conditions (même temps entre la mise en place du fluide et le début du précisaillement, même précisaillement et même temps de palier). Pour une meilleure clarté des résultats, nous traçons l'évolution de la vitesse pour trois plans dans l'entrefer de la grande cellule de cisaillement ( $z = 1$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 19$  mm). Nous constatons que les deux séries de mesures conduisent au même résultat. En effet, sur la majeure partie du rayon, les écarts relatifs sont inférieurs à 3% et ils augmentent dans la partie centrale de l'écoulement. Ceci paraît tout à fait logique car les vitesses y sont beaucoup plus faibles (fluide pris en bloc). Les écarts relatifs obtenus étant convenables pour une comparaison entre deux séries de mesure sur des suspensions de Laponite, nous pouvons en conclure que les mesures de vitesses sont répétables si des précautions (pour l'histoire de la suspension) sont prises.

Enfin, après avoir effectué toutes ces vérifications, nous pouvons utiliser tous les champs de vitesses calculés dans l'entrefer pour déterminer le gradient de vitesses dans la cellule. Pour ce

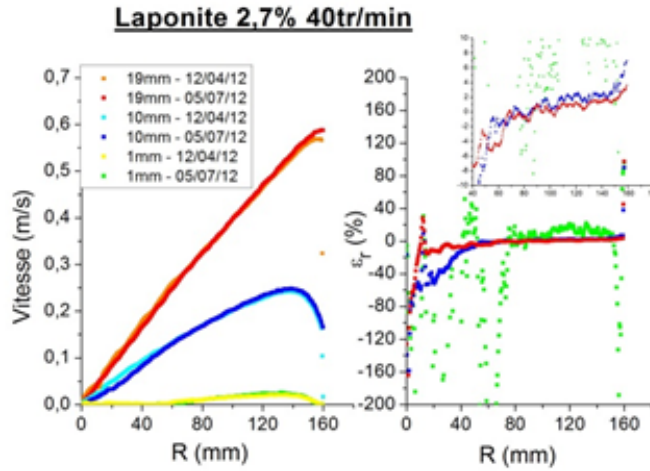


FIGURE III.24 – Vérification de la répétabilité des mesures de vitesse sur deux suspensions de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,7%, pour une vitesse de rotation du disque supérieur de 40 tr/min et pour trois plans dans l'entrefer de la cellule de cisaillement ( $z = 1$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 19$  mm).

faire, nous utilisons la formule vue au premier chapitre de ce manuscrit (Équation V.3) et deux conditions aux limites (conditions de non glissement à la paroi) :

- une vitesse nulle pour le plateau inférieur :  $V(r, z = 0) = 0$
- la vitesse de rotation du plateau supérieur :  $V(r, z = h) = r\Omega$

Le gradient de vitesses est obtenu à partir des dérivées du champ de vitesses, nous devons donc choisir un schéma numérique pour le calculer. Notre choix s'est porté sur l'utilisation des différences centrées.

$$\dot{\gamma}(r_i, z_j) = \sqrt{\left(\frac{V_{i+1} - V_{i-1}}{r_{i+1} - r_{i-1}} - \frac{V_i}{r_i}\right)^2 + \left(\frac{V_{j+1} - V_{j-1}}{z_{j+1} - z_{j-1}}\right)^2} \quad (\text{III.8})$$

Il est intéressant de remarquer que le gradient de vitesses est composé de deux parties, une pour le gradient suivant le rayon et une pour le gradient suivant l'entrefer. Nous pouvons alors nous demander quelle est la partie dominante. Pour ce faire, nous prenons le cas d'un calcul de gradient de vitesses pour une suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,7% pour une vitesse de rotation du disque supérieur de 40 tr/min.

Ce que nous représentons ici (Figure III.25), ce sont les deux termes qui composent le gradient de vitesses en fonction du rayon et de l'entrefer dans la grande cellule de cisaillement. Ce que nous montrent ces cartographies, c'est que le gradient suivant le rayon est nul en chaque point de l'entrefer, à l'exception des quelques points sur les bords (dus à des effets de parois) et au centre de la cellule (dus à la division par 0 en  $r = 0$  mm). De l'autre côté, nous avons l'évolution du gradient suivant l'entrefer qui est le terme dominant avec de fortes variations suivant la zone de la cellule considérée. Par conséquent, un maillage suffisamment fin suivant les plans de mesure est nécessaire pour obtenir une bonne précision sur le calcul du gradient de vitesses. Nous avons décidé dans un premier temps qu'un plan de mesure tous les millimètres était suffisant puis nous

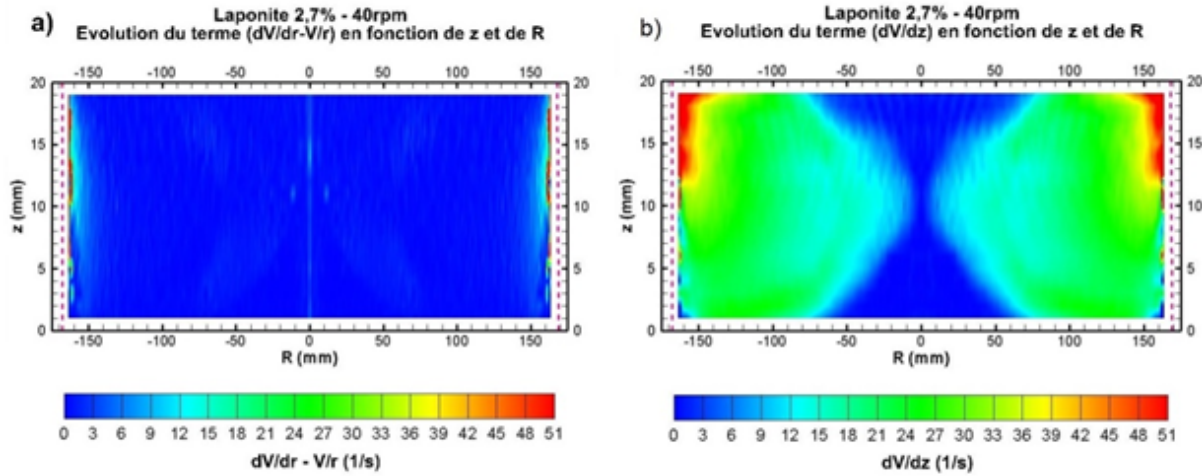


FIGURE III.25 – Comparaison des deux termes composant le gradient de vitesses, a) suivant le rayon  $\left(\frac{\partial V}{\partial r} - \frac{V}{r}\right)$ , b) suivant l'entrefer  $\left(\frac{\partial V}{\partial z}\right)$ .

avons augmenté notre maillage pour arriver à un plan de mesure tous les 0,5 mm. Cependant, la multiplication des plans de mesure a ses limites : plus les plans sont rapprochés et plus le temps d'acquisition est long (ce qui peut poser quelques problèmes avec un fluide comme les suspensions de Laponite dont le comportement évolue avec le temps) et le temps de traitement s'en trouve aussi augmenté. Un compromis entre le temps d'acquisition, le temps de calcul et la précision sur le résultat final est alors à trouver.

### III.4 Conclusion

Nous avons, dans un premier temps, présenté les dispositifs expérimentaux. Ainsi, nous avons pu voir que pour la détermination des lois rhéo-optiques, nous utilisons une géométrie dans laquelle la répartition de contraintes est connue (géométrie à cylindres coaxiaux). Ensuite, nous avons présenté le montage dans lequel les mesures de photoélasticimétrie et de PIV sont réalisées. C'est alors que nous avons mis en évidence le fait qu'il faut utiliser deux longueurs d'onde différentes pour réaliser des mesures simultanées. En effet, chacun des lasers (avec sa propre longueur d'onde) est attribué à une technique de mesure.

Dans un second temps, nous avons détaillé les traitements des données pour chacune des deux techniques de mesure. Il faut savoir que dans les deux cas, deux hypothèses sont faites : l'hypothèse d'un champ (de contraintes ou de vitesses) bidimensionnel et l'hypothèse d'un écoulement établi donc sans évolution temporelle des différentes grandeurs mesurées. En ce qui concerne la photoélasticimétrie, pour les deux configurations étudiées, l'hypothèse d'écoulement établi est respectée car nous attendons suffisamment longtemps pour ne plus avoir d'évolution temporelle du paramètre isochrome. La deuxième hypothèses d'un champ de contraintes bidimensionnel est, quant à elle, parfaitement respectée que dans la géométrie à cylindres coaxiaux. Dans la géométrie plan-plan, par contre, elle ne l'est pas parfaitement parce qu'on se retrouve avec une superposition d'un cas de cisaillement simple et d'un cas de torsion. Ceci aura pour conséquence de compliquer les réglages pour les mesures ainsi que l'apparition d'oscillations dans les résultats. En ce qui concerne la PIV, l'hypothèse d'écoulement établi est aussi vérifiée car une fois de plus, nous attendons suffisamment longtemps avant les mesures. L'hypothèses d'un champ de vitesses bidimensionnel est vérifiée de par la géométrie de l'écoulement. Toutefois, pour s'assurer

que les mesures soient bien bidimensionnelles, il faut que les particules utilisées pour la PIV ne sédimentent pas ou que leur temps de sédimentation soit grand devant le temps d'acquisition pour pouvoir considérer qu'elles restent dans un plan 2D. Dans notre cas, nous vérifions bien cette hypothèse.

Enfin, nous avons pu trouver un traitement adapté aux différents fluides étudiés pour chacune des techniques employées, avec l'utilisation de la technique de décalage de phase pour la photoélasticimétrie pour les suspensions de Laponite et les différents filtres appliqués pour supprimer les franges d'interférence pour les traitements de PIV. Ceci nous permet alors de mesurer une densité de franges pour déterminer des lois rhéo-optiques, comme nous allons le voir dans le chapitre suivant. Ceci nous permet aussi de déterminer une contrainte (ou une densité de franges) ainsi qu'un gradient de vitesses pour obtenir des informations à une échelle locale sur le comportement de nos différents fluides.



## Chapitre IV

# Les lois rhéo-optiques

Dans ce quatrième chapitre, nous caractérisons optiquement les fluides étudiés dans la grande cellule de cisaillement. Pour cela, nous devons étudier leur réponse optique à une sollicitation et déterminer leur(s) propriété(s) optique(s), c'est-à-dire leur coefficient tensio-optique.

Nous nous intéressons en premier lieu aux solutions pures de Milling Yellow, puis aux suspensions de Laponite. Tous nos fluides sont caractérisés dans une géométrie de Couette, à la fois en entrefer mince et en entrefer large.





## IV.1 Les solutions de Milling Yellow

Nous nous concentrons dans cette étude sur les solutions pures de Milling Yellow. Parmi les quatre solutions préparées et présentées au chapitre II, seules les trois plus concentrées (P2, P3, P4) sont biréfringentes. Nous allons donc utiliser ces trois solutions pour visualiser la réponse optique d'une solution en fonction de sa concentration en Milling Yellow. Ensuite, nous les utiliserons pour valider notre système de mesure avec une géométrie en entrefer large et une autre en entrefer mince. Enfin, nous nous focaliserons sur la solution P2 qui est la solution étudiée dans la grande cellule de cisaillement.

### IV.1.1 L'influence de la concentration

Les trois solutions de Milling Yellow sont testées dans un rhéomètre à contrainte imposée, complété par tout le dispositif optique présenté au début du chapitre précédent. La géométrie utilisée est une géométrie à cylindres coaxiaux en entrefer mince et les mesures de densité de franges sont réalisées au milieu de l'entrefer. Le protocole consiste à appliquer des paliers de contrainte, chacun d'une durée de 120 secondes. La densité de franges est mesurée en prenant une image après 110 secondes. La technique de dépouillement est explicitée au chapitre précédent (Chapitre III § III.2.2.1). Nous avons ainsi obtenu l'évolution de la contrainte appliquée en fonction de la densité de franges mesurée (Figure IV.1) pour chaque solution.

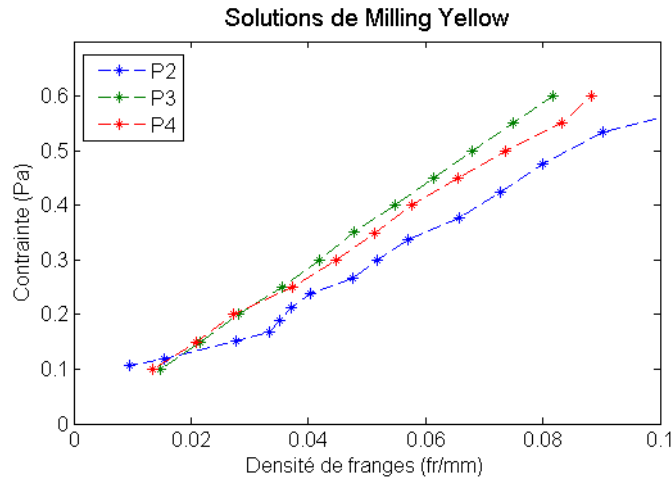


FIGURE IV.1 – Evolution de la contrainte en fonction de la densité de franges pour les solutions pures de Milling Yellow P2, P3, P4 en géométrie de Couette en entrefer mince.

Remarque : étant donnée la technique de dépouillement utilisée, les incertitudes de mesure sur la densité de franges ne sont pas représentées car elles ne sont pas suffisamment importantes (de l'ordre de  $10^{-4}$  fr/mm) pour apparaître sur cette figure.

Nous pouvons constater que les trois courbes, chacune correspondant à une concentration en Milling Yellow, ont une évolution linéaire. De plus, nous n'observons pas de différence notable dans la réponse optique des solutions à une contrainte donnée. Ceci implique que sur la plage de concentrations en Milling Yellow étudiée, la densité de franges observée pour une certaine contrainte est indépendante de la concentration.

### IV.1.2 Les mesures à différents rayons

La réalisation des mesures de densité de franges pour différents rayons dans l'entrefer de la cellule de Couette nous permet de vérifier que pour un fluide au comportement rhéologique simple, sa réponse optique n'est pas fonction de l'histoire de la sollicitation mais est fonction de la contrainte subie au moment de la mesure. Pour cela, nous commençons par tester la solution P4 pour trois rayons différents en entrefer mince. Ensuite, nous étudions la solution P3 en entrefer large. Le protocole est identique aux mesures précédentes ainsi que le dépouillement.

Les principaux changements concernent les temps d'application des paliers de contrainte pour les mesures en entrefer large et le calcul de la contrainte appliquée. En effet, puisque la contrainte varie dans l'entrefer d'une géométrie de Couette, il est indispensable de la recalculer à l'aide de la formule vue au premier chapitre de ce manuscrit (Équation I.26) pour chaque rayon auquel est effectuée une mesure de densité de franges. De plus, les temps d'application des paliers de contrainte sont augmentés à 5 minutes car il faut prendre en compte le temps de déplacement du système optique avant la mesure pour chaque rayon compris entre  $R_{i+1}$  et  $R_{i+7}$  ( $R_i$  étant le rayon du cylindre intérieur et "1" et "7" sont les distances (en mm) qui séparent le rayon de mesure du rayon intérieur de la géométrie). Nous obtenons ainsi les évolutions suivantes (Figure IV.2).

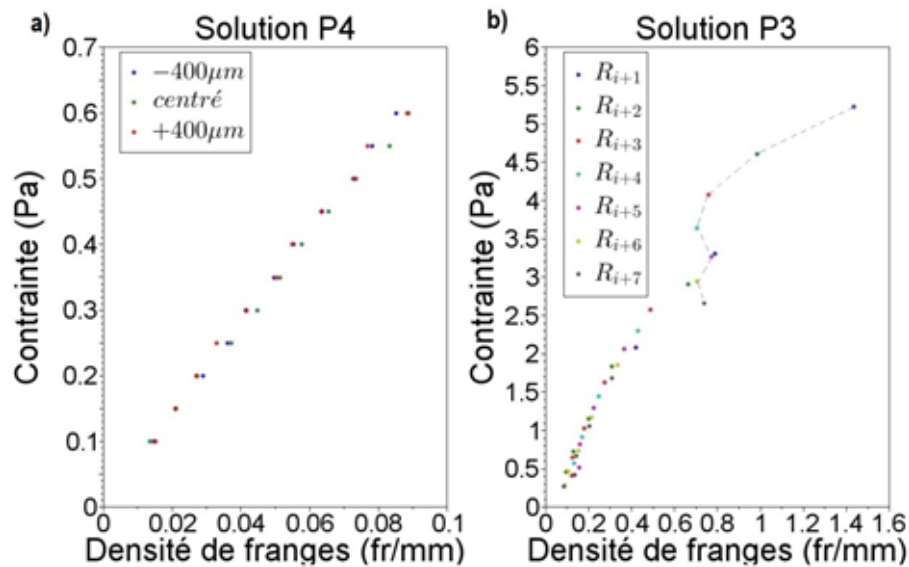


FIGURE IV.2 – Évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges, a) pour la solution P4 et trois rayons en entrefer mince, b) pour la solution P3 et sept rayons en entrefer large.

Ce que nous pouvons déduire de ces deux graphes, c'est que la réponse optique d'une solution de Milling Yellow est la même quelle que soit la position où les mesures sont faites. En effet, que ce soit en entrefer mince ou en entrefer large, la densité de franges mesurée ne varie pas pour une contrainte donnée. Ceci implique que le comportement optique d'une solution de Milling Yellow ne dépend pas de son histoire, ce qui est aussi le cas pour son comportement rhéologique. Par conséquent, ces mesures sur les solutions de Milling Yellow nous permettent de valider notre technique de mesure de contrainte par photoélasticimétrie.

Ces mesures ont un autre avantage que la détermination d'une contrainte dans le fluide, elles

permettent aussi de savoir s'il y a des instabilités dans l'écoulement et aussi où ces instabilités perturbent le plus le fluide. En effet, pour la plus grande contrainte appliquée (tous les points correspondants à cette contrainte sont reliés par des tirets sur la figure IV.2 b), on observe une évolution différente de la densité de franges en fonction de la contrainte. Pour cette contrainte, nous avons calculé le nombre de Taylor de l'écoulement (Équation I.28) et celui-ci est supérieur au nombre critique pour l'apparition d'instabilités (Chapitre I). Ceci signifie que dans l'entrefer de la cellule, des rouleaux de Taylor sont présents et viennent perturber la réponse optique de la solution. On observe alors une diminution de la densité de franges dans l'entrefer due à une perte d'anisotropie optique causée par la présence des rouleaux de Taylor. Cependant, cette perte d'anisotropie n'est pas directement visualisable sur le réseau de franges. Toutefois, leur impact est moindre au niveau des cylindres et au centre de la cellule.

Enfin, nous pouvons remarquer que pour des contraintes inférieures à 1,5 Pa, nous avons une évolution linéaire que l'on perd pour des contraintes supérieures. La perte de la linéarité peut faire penser à une superposition de mécanismes de biréfringence que nous pouvons difficilement voir en entrefer mince car la plage de contraintes qu'il nous est permis d'appliquer n'est pas suffisamment étendue.

Par conséquent, la réalisation de mesures en entrefer large permet à la fois d'avoir un maximum de points de mesure et de repérer la présence d'instabilités de type Taylor-Couette.

### IV.1.3 La loi rhéo-optique de la solution P2

Intéressons-nous maintenant au cas de la solution P2 qui est utilisée dans la grande cellule de cisaillement. Nous allons donc déterminer sa loi rhéo-optique (loi permettant de relier la densité de franges observée à la contrainte appliquée). Pour ce faire, nous utilisons le rhéomètre à contrainte imposée avec la géométrie à cylindre coaxiaux en entrefer mince. Le protocole consiste à appliquer des paliers de contrainte par valeurs décroissantes. La durée de chaque palier est fixée à 120 secondes et les mesures de densité de franges (réalisées au milieu de l'entrefer) se font après un temps d'attente de 110 secondes. Elles sont effectuées peu de temps avant la fin du palier de contrainte car la solution de Milling Yellow est suffisamment biréfringente pour qu'une seule image des franges suffise à déterminer la densité de franges (Chapitre III § III.2.2.1). La plage de contraintes appliquée a été choisie pour obtenir des points de mesure aussi bien dans la zone newtonienne que dans la zone non-newtonienne du comportement de la solution. Nous avons ainsi obtenu l'évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges pour cette solution (Figure IV.3).

Comme nous l'avons vu au premier chapitre de ce manuscrit, la loi rhéo-optique est une relation linéaire entre la contrainte et la densité de franges. Nous appliquons donc une régression linéaire sur l'ensemble de nos points de mesure, ce qui nous fournit la loi suivante :

$$\tau = 5,2027 \frac{k}{e} \quad (\text{IV.1})$$

Cette relation pourra être utilisée par la suite (Chapitre V) pour remonter aux contraintes dans la grande cellule de cisaillement à partir des mesures de densité de franges. De plus, cette relation permet aussi de déterminer le coefficient tensio-optique ( $C$ ) de la solution. Ce coefficient peut être utilisé à la place de la loi rhéo-optique pour relier la contrainte à la densité de franges dans

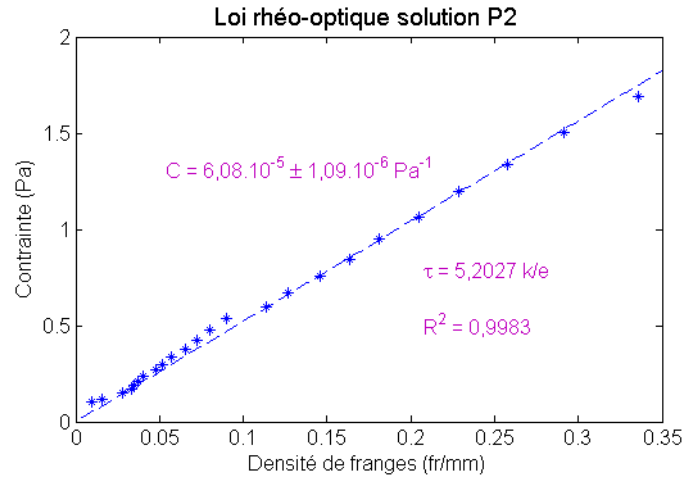


FIGURE IV.3 – Évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges pour la solution P2 de Milling Yellow en entrefer mince.

le cas où la longueur d'onde de la source lumineuse employée change. En effet, la pente qui est obtenue dans cette régression linéaire est inversement proportionnelle au coefficient tensio-optique et proportionnelle à la longueur d'onde de la source lumineuse ( $\lambda$ ) utilisée pour les mesures. On a alors :

$$C = \frac{\lambda}{2 * pente} \quad (IV.2)$$

Pour tester notre solution de Milling Yellow, la source lumineuse utilisée a une longueur d'onde de 632,8 nm, ce qui conduit à un coefficient tensio-optique de  $6,08.10^{-5} \pm 1,09.10^{-6} Pa^{-1}$ . Nous nous servirons donc de ce coefficient dans le chapitre suivant pour calculer la répartition de contraintes dans la grande cellule de cisaillement.

## IV.2 Les suspensions de Laponite

Étant donné le comportement des suspensions de Laponite (seuil d'écoulement et thixotropie), nous avons testé différents protocoles ainsi que deux géométries à cylindres coaxiaux (une entrefer mince et l'autre en entrefer large) pour caractériser optiquement nos suspensions. Nous commençons par présenter les résultats des essais de référence puis nous discutons différents points sur les phénomènes physiques que nous observons.

### IV.2.1 Les essais de référence

Ces essais de référence sont réalisés dans la géométrie en entrefer mince pour les deux suspensions de Laponite étudiées dans la grande cellule de cisaillement (la suspension à une concentration pseudo-massique de 2,2% et celle à 2,7%). Le protocole de mesure consiste à appliquer des paliers contrainte successifs par valeurs décroissantes de 30 minutes de sorte à avoir autant de points de mesure dans la zone fluide que dans la zone solide. Les mesures de densité de franges sont réalisées en utilisant la technique de décalage de phase décrite au chapitre précédent (Chapitre III § III.2.2.2). Pour cette technique, nous prenons 16 images des franges décalées que nous enregistrons 25 minutes après le début du palier de contrainte (le temps d'acquisition des 16

images est de l'ordre de 45 secondes). Après le traitement décrit au chapitre précédent, nous pouvons tracer l'évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges (Figure IV.4) pour les deux suspensions étudiées.

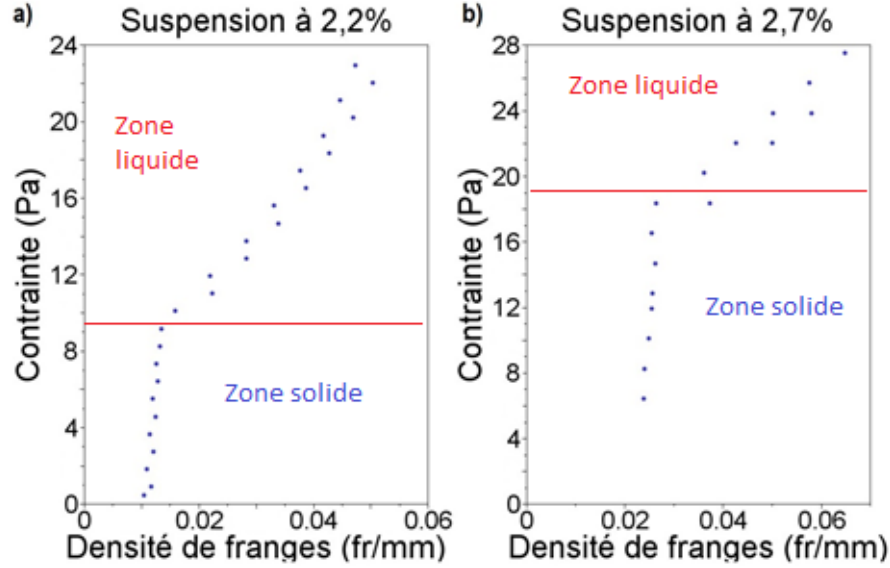


FIGURE IV.4 – Évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges pour des suspensions de Laponite à une concentration pseudo-massique de a) 2,2% et b) 2,7%. Les mesures sont réalisées en entrefer mince avec des paliers de contrainte successifs par valeurs décroissantes.

Pour chacune des suspensions, nous constatons deux évolutions distinctes de la densité de franges en fonction de la contrainte. De plus, la contrainte "limite" entre ces deux évolutions correspond à la contrainte seuil de la suspension. En effet, pour la concentration à 2,2%, la contrainte seuil fournit par nos essais de rhéométrie est de 8,6 Pa (Chapitre II § II.2.3.5) et la contrainte "limite" observé est d'environ 9 Pa. Il en est de même pour la concentration à 2,7% où on relève une contrainte "limite" d'environ 19 Pa et pour laquelle la contrainte seuil issue des essais de rhéométrie est de 18,8 Pa. Nous pouvons donc considérer que les zones au-delà de la contrainte "limite" sont des zones fluides et que les zones en-dessous de cette contrainte correspondent à des zones solides.

Remarque : l'utilisation de la technique de déphasage pour traiter nos données nous permet d'avoir une bonne précision de mesure (de l'ordre de  $10^{-4}$  fr/mm).

Nous allons maintenant détailler l'analyse pour chacune des zones identifiées.

## IV.2.2 L'interprétation dans la zone solide

Considérons dans un premier temps les résultats dans la zone solide. Comme nous l'avons vu au début de ce manuscrit (Équation I.42), la théorie de la photoélasticimétrie veut que la relation entre la contrainte de cisaillement et la densité de franges soit linéaire (ce que nous avons pu vérifier avec la solution pure de Milling Yellow P2). Nous décidons donc d'appliquer une régression linéaire sur nos mesures dans cette zone (Figure IV.5).

Comme ce que nous avons pu faire pour la solution de Milling Yellow, la pente issue de ces régressions va nous permettre de déterminer un coefficient tensio-optique solide ( $C_S$ ) pour nos deux

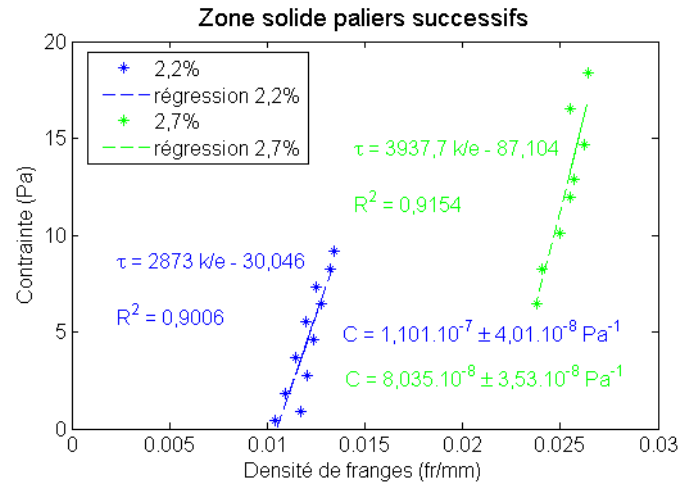


FIGURE IV.5 – Évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges dans la zone solide des deux suspensions de Laponite étudiées pour lesquelles nous avons appliqué une régression linéaire.

suspensions. Nos deux essais nous donnent alors un coefficient de  $1,10.10^{-7} \pm 4,01.10^{-8} \text{ Pa}^{-1}$  pour la concentration à 2,2% et un coefficient de  $0,80.10^{-7} \pm 3,53.10^{-8} \text{ Pa}^{-1}$  pour la concentration à 2,7%. Il semble alors que ce coefficient dépende de la concentration de la suspension mais il semble aussi qu'il diminue en augmentant la concentration. Ceci est surprenant parce que cela signifie que la suspension à une concentration de 2,7% serait moins biréfringente que celle de 2,2% (du moins dans la zone solide). Or, on s'attend à ce que la biréfringence augmente avec la concentration.

De plus, nous observons un offset de la densité de franges. Cet offset semble ne pas être trop affecté par l'histoire de la suspension. Bien que les essais présentés ici aient été réalisés sur deux jours consécutifs avec deux échantillons différents d'une même suspension, le protocole de mesure était identique (paliers successifs de contrainte par valeurs décroissantes) mais l'histoire différente (paliers d'intensité différente entre les deux jours), l'offset est inchangé. Ceci nous amène à penser que ce décalage dans la zone solide est principalement dû à un emprisonnement de contraintes dans la suspension au cours de l'essai.

L'idée à présent est de relaxer ces contraintes. Pour cela, nous changeons le protocole de mesure. Ce nouveau protocole consiste à appliquer un précisaillement de 30 minutes (dont l'intensité dépend de la concentration de la suspension) avant chacun des paliers de contrainte, dont la durée est également de 30 minutes, pour lesquels des mesures de densité de franges sont effectuées. Typiquement, nous avons décidé d'appliquer, pour une suspension à une concentration de 2,2%, un précisaillement à 25 Pa et un précisaillement à 30 Pa si la concentration est de 2,7%. Les mesures de densité de franges sont réalisées comme précédemment en prenant 16 images de franges 29 minutes après le début du palier de contrainte. Ces essais nous fournissent les évolutions de contraintes en fonction de la densité de franges reportées ci-dessous (Figure IV.6) pour la partie solide.

L'impact de ce nouveau protocole sur la zone solide est nettement visible. En effet, l'application d'un précisaillement avant chaque palier de contrainte empêche la suspension de se structurer "librement" et donc d'emprisonner des contraintes en son sein. Ceci se remarque bien car la densité de franges résiduelle (pour une contrainte nulle) est visiblement plus faible avec ce

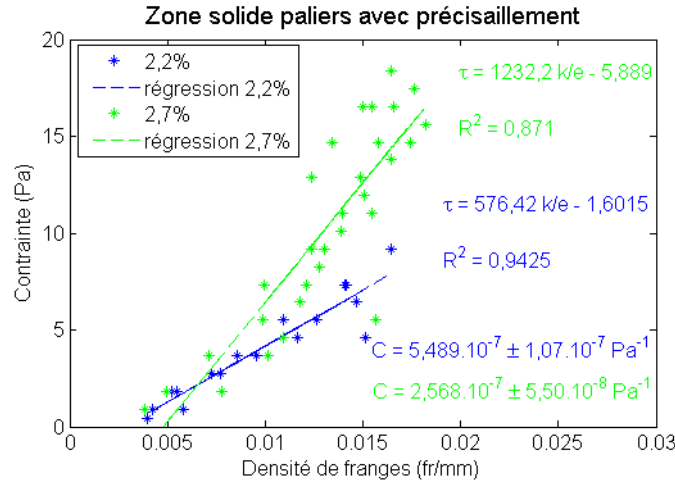


FIGURE IV.6 – Évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges pour les deux suspensions de Laponite dans la partie solide. Les mesures sont réalisées en entrefer mince en appliquant un précisaillement avant chaque palier de contrainte.

nouveau protocole. Toutefois, cela ne suffit pas à tout supprimer et il reste encore une densité de franges résiduelle une fois la suspension au repos. En ce qui concerne les coefficients tensio-optiques solides, nous obtenons de nouvelles valeurs puisque la pente a changé. Nous avons alors un coefficient de  $5,49.10^{-7} \pm 1,07.10^{-7} Pa^{-1}$  pour la suspension à 2,2% et un coefficient de  $2,57.10^{-7} \pm 5,50.10^{-8} Pa^{-1}$  pour la suspension à 2,7%.

Remarque : le changement de protocole n'influe pas sur l'évolution globale du coefficient tensio-optique solide en fonction de la concentration de la suspension. La suspension la plus concentrée a toujours un coefficient inférieur à celui de la suspension la moins concentrée.

Le fait que les deux coefficients obtenus avec cette expérience soient plus élevés que précédemment indique que l'anisotropie optique des suspensions dans la zone solide est plus marquée quand un précisaillement est appliqué entre chaque palier de contrainte. Par conséquent, le choix du coefficient tensio-optique dépend du protocole appliqué à la suspension.

Enfin, nous savons que lorsqu'une suspension de Laponite est laissée au repos, elle se structure. Il serait donc intéressant de voir ce qui se passe d'un point de vue optique pour une suspension après qu'elle se soit restructurée. Pour cela, nous plaçons la suspension dans une géométrie à cylindres coaxiaux en entrefer large (nous permettant ainsi d'avoir plus de points de mesure) et nous lui appliquons deux protocoles différents.

- Protocole 1 : des paliers de contrainte successifs par valeurs décroissantes d'une durée de 30 minutes chacun, un repos de 17 heures et des paliers de contrainte successifs par valeurs croissantes d'une durée de 30 minutes également.
- Protocole 2 : des paliers de contrainte de 30 minutes précédés chacun d'un précisaillement à 25 Pa pendant 30 minutes, un repos de 17 heures et enfin des paliers de contrainte successifs par valeurs croissantes de 30 minutes.

Nous traçons alors l'évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges pour une suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,2% (Figure IV.7).



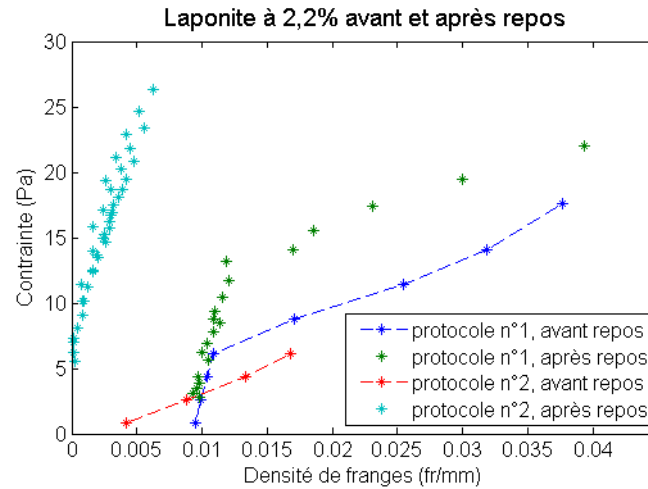


FIGURE IV.7 – Évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges pour une suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,2%. Les mesures sont réalisées en entrefer large pour cinq rayons différents après un repos de 17 heures.

Nous remarquons que la pente de la zone solide du premier essai avec des paliers de contrainte successifs par valeurs décroissantes est similaire à celles que nous obtenons pour les essais par valeurs croissantes. Ceci semble alors indiqué que c'est cette pente (et non celle obtenue en appliquant un précisaillement avant chaque palier) qui est représentative du comportement optique de la suspension dans la zone solide. En plus de cela, la plage de contrainte sur laquelle s'étend la zone solide est beaucoup plus importante après un repos de 17 heures. Ceci est dû au fait que la suspension s'étant structurée, une contrainte plus élevée doit être atteinte pour que la suspension s'écoule de nouveau, on a alors une augmentation de la contrainte seuil. Une fois la suspension remise en écoulement, la densité de franges augmente peu à peu jusqu'à revenir sur la courbe du premier essai où la suspension est déstructurée dès le début de l'essai.

Remarque : il se peut que la contrainte à atteindre pour remettre la suspension en écoulement soit supérieure à la contrainte la plus élevée d'un essai avec des paliers par valeurs décroissantes ou avec un précisaillement. C'est ce qui s'est produit pour le second protocole où une contrainte de 27 Pa n'est pas suffisante pour remettre la suspension en écoulement alors qu'avec une contrainte à 25 Pa, l'entrefer est entièrement cisailé au début de l'expérience.

Nous constatons que lorsque la suspension est mise au repos, elle conserve son état de biréfringence. En effet, si nous considérons l'essai avec des paliers de contraintes successifs par valeurs décroissantes, une densité de franges résiduelle d'environ 0,01 fr/mm est mesurée. Après le repos, pendant que les contraintes par valeurs croissantes sont appliquées, cette même densité de franges est mesurée. Il en est de même pour l'essai avec des paliers précédés d'un précisaillement. Dans ce cas-là, la densité de franges résiduelle est quasiment nulle, ce que nous retrouvons sur les mesures correspondant aux paliers de contraintes croissantes. Ceci montre qu'une fois que la suspension est dans un état solide, peu importe le protocole auquel on la soumet (contraintes décroissantes ou contraintes croissantes) sans dépasser son seuil d'écoulement, sa structure s'est "figée" et ne se modifie pas. Autre point important, la densité de franges résiduelle étant toujours présente après un repos de 17 heures, ceci implique qu'il n'y a pas de relaxation de la biréfringence et donc pas de modification d'anisotropie optique. Par conséquent, ce que nous montrons ici, c'est que bien que la structure de la suspension se consolide, cela se fait sans qu'il

y ait une réorganisation interne des éléments structuraux.

### IV.2.3 L'interprétation dans la zone fluide

Intéressons-nous maintenant aux résultats dans la zone fluide. Nous reprenons les résultats pour nos deux suspensions de Laponite dans le cas où des paliers de contrainte successifs par valeurs décroissantes sont appliqués (Figure IV.8).

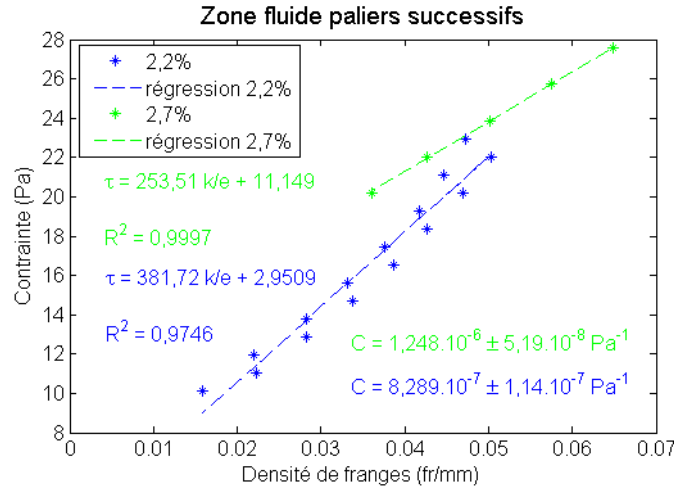


FIGURE IV.8 – Évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges dans la zone fluide des deux suspensions de Laponite étudiées pour lesquelles nous avons appliqué des régressions linéaires.

Nous cherchons encore une fois à déterminer un coefficient tensio-optique liquide ( $C_L$ ), donc nous appliquons des régressions linéaires sur nos mesures. Nous obtenons alors un coefficient de  $8,29 \cdot 10^{-7} \pm 1,14 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}^{-1}$  pour la concentration à 2,2% et un coefficient compris entre  $1,17 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}^{-1}$  et  $1,24 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}^{-1}$  pour la concentration à 2,7%. On peut considérer pour cette dernière suspension un coefficient moyen de  $1,21 \cdot 10^{-6} \pm 5,19 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}^{-1}$ . On retrouve alors que la suspension la plus concentrée est celle qui est la plus biréfringente (elle a le coefficient tensio-optique le plus élevé). Toutefois, nous remarquons que pour cette suspension, nous avons deux droites distinctes. Ceci peut être expliqué par le fait que deux essais sur deux jours consécutifs (donc avec deux échantillons différents) ont été nécessaires pour obtenir l'ensemble de nos points de mesure. Le fait que nous n'obtenions pas deux fois la même réponse optique tend à montrer que la suspension n'était pas tout à fait dans le même état d'anisotropie optique (qui rappelons-le est à l'origine de la biréfringence).

Ceci étant clarifié, il reste encore une interrogation. En effet, alors que pour la solution pure de Milling Yellow la régression passe par l'origine, ici c'est loin d'être le cas. La raison de ce phénomène n'est pas encore bien identifiée mais nous pensons qu'il peut s'agir d'une manifestation de l'histoire de la suspension. Pour tester notre hypothèse, nous décidons d'étudier notre suspension dans un entrefer large. En effet, en utilisant cette géométrie, la suspension n'a pas la même histoire suivant que l'on regarde un rayon ou un autre. Nous avons alors appliqué le même protocole que précédemment et nous avons pu tracer l'évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges (Figure IV.9 a).

Le graphe regroupe trois séries de mesures correspondant à un même précisaillement à contrainte

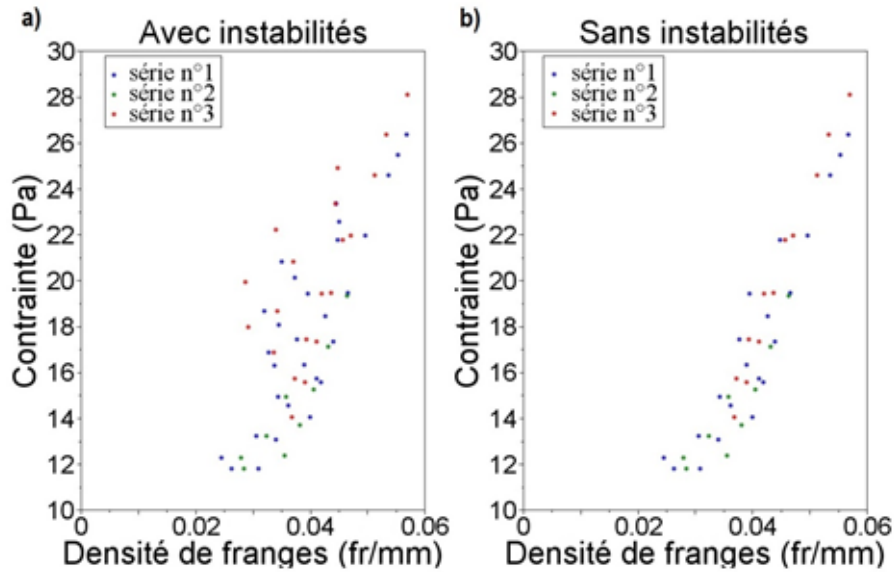


FIGURE IV.9 – Évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges pour une suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,7%, a) avec des instabilités, b) sans instabilités. Les mesures sont réalisées en entrefer large (pour cinq rayons différents) pour des paliers de contrainte successifs par valeurs décroissantes.

imposée de 30 Pa pendant 30 minutes et des paliers de contraintes différents. Pour chaque contrainte appliquée, une mesure de densité de franges est effectuée sur cinq rayons différents dans l'entrefer de la cellule (espacés de 1 mm chacun en partant du cylindre intérieur). La contrainte est alors recalculée pour chaque mesure à partir de la formule vue au premier chapitre de ce manuscrit (Équation I.26). Nous constatons une importante dispersion des points de mesure. Or, nous avons vu avec la solution de Milling Yellow que lorsque des mesures sont réalisées en entrefer large, il faut s'assurer qu'il n'y ait pas d'instabilités de type Taylor-Couette qui viennent perturber les mesures. Nous avons alors calculé le nombre de Taylor pour chacun des points de mesure, ce qui nous a permis de supprimer plusieurs points de mesure (Figure IV.9 b). En effet, comme ce que nous avons pu voir plus haut et comme l'ont démontré Philippe *et al.* [67], les tourbillons de Taylor-Couette modifient l'anisotropie optique de la suspension et sont à l'origine des dispersions observées. Une fois ces points enlevés, nous constatons que toutes les mesures se regroupent autour d'une même tendance. Par conséquent, bien que chacune de ces séries corresponde à une histoire différente de la suspension, nous retrouvons la même réponse optique. Donc, contrairement à ce que nous espérions, ces essais ne permettent pas de conclure sur l'origine du décalage observé lors des mesures en entrefer mince, ce qui laisse penser que son explication est plus complexe qu'un simple problème d'état initial de la suspension.

Nous avons enfin testé l'effet d'un nouveau protocole sur les mesures de densité de franges dans la zone fluide. Comme ce que nous avons pu faire pour la zone solide, nous avons choisi d'appliquer un protocole avec un précisaillement avant chaque palier de contrainte. Nous avons ainsi obtenu la réponse suivante (Figure IV.10).

L'application de régressions linéaires sur ces courbes nous permet d'obtenir de nouveaux coefficients tensio-optiques liquides. Nous avons alors un coefficient de  $7,25 \cdot 10^{-7} \pm 1,4 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}^{-1}$  pour la concentration à 2,2% et  $8,29 \cdot 10^{-7} \pm 1,43 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}^{-1}$  pour la concentration à 2,7%. Contrairement à la zone solide où en modifiant le protocole les coefficients tensio-optiques avaient

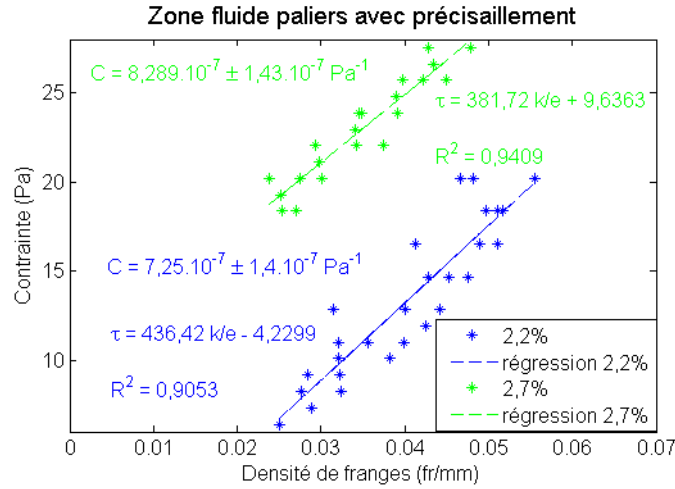


FIGURE IV.10 – Évolution de la contrainte en fonction de la densité de franges pour des suspensions de Laponite à des concentrations pseudo-massiques de 2,2% et 2,7% dans la zone fluide. Les mesures sont réalisées en entrefer mince en appliquant un précisaillement avant chaque palier de contrainte.

augmentés, pour cette zone fluide ils ont diminué. Ceci nous indique simplement que les suspensions sont moins biréfringentes avec ce nouveau protocole, ce qui est le signe d'une relaxation de la biréfringence. Le choix de l'un ou l'autre des coefficients dépend alors de la sollicitation que va subir la suspension.

### IV.3 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons été capables de déterminer un coefficient tensio-optique pour une solution pure de Milling Yellow. Nous avons aussi pu vérifier que pour cette solution, la loi rhéo-optique est une relation linéaire comme prévue par la théorie présentée au premier chapitre de ce manuscrit. De plus, des mesures en entrefer large ont permis de visualiser l'impact des instabilités sur les mesures de densité de franges.

Ensuite, nous nous sommes intéressés aux suspensions de Laponite. Pour ces fluides viscoplastiques, nous avons pu constater que la réponse optique des suspensions est différente suivant la sollicitation (au-delà ou en-dessous de la contrainte seuil). Deux coefficients tensio-optiques ont alors pu être déterminés : un pour la zone solide et un pour la zone fluide. Les valeurs de ces coefficients comparées à celle que nous avons pu obtenir pour la solution de Milling Yellow indiquent que celle-ci est nettement plus biréfringente que les suspensions de Laponite (le coefficient tensio-optique est environ 100 fois plus élevé pour le Milling Yellow que pour la Laponite). Les résultats pour les suspensions de Laponite ont aussi montré que les coefficients tensio-optiques dépendent du protocole de mesure suivi. Ceci implique que pour la suite (les mesures réalisées dans la grande cellule de cisaillement dans le chapitre suivant), une attention particulière doit être portée sur le choix du protocole de mesure qui permettra d'obtenir le coefficient tensio-optique pour remonter aux contraintes à partir d'une mesure de la densité de franges.

De plus, les résultats dans la partie fluide ont montré qu'il pouvait y avoir une relaxation de la biréfringence en appliquant des précisaillements avant chaque palier de mesure. Par contre,

ce n'est pas le cas dans la partie solide. Dans cette zone, une fois qu'une contrainte est emprisonnée, elle ne se relaxera pas d'elle-même, même après un temps de repos assez long. Enfin, la restructuration de la suspension pendant qu'elle est au repos se fait sans réorganisation interne des éléments structurels. En effet, les mesures de densité de franges avant et après repos sont de même intensité, ce qui implique qu'il n'y a pas eu de modification d'anisotropie optique.

## Chapitre V

# Les mesures couplées entre deux plans parallèles

Ce dernier chapitre est consacré aux mesures couplées de photoélasticimétrie et de vélocimétrie par images de particules (PIV) dans la grande cellule de cisaillement. Dans un premier temps, nous faisons une étude préliminaire sur des mesures de vitesses par PIV pour une huile newtonienne (h47V1000). Ensuite, nous détaillons les résultats des mesures pour la solution pure de Milling Yellow avant la construction d'un rhéogramme local pour cette solution. Enfin, les deux suspensions de Laponite choisies sont aussi étudiées à l'aide des deux techniques de mesure.



## V.1 L'étude préliminaire

Le but de cette étude préliminaire est, dans un premier temps, de valider les mesures de vitesse par PIV et le calcul du gradient de vitesses que l'on peut faire par la suite. Dans un second temps, cette étude nous permettra aussi d'avoir un élément de comparaison pour un fluide newtonien. En effet, cette étude est réalisée avec une huile newtonienne dont la viscosité dynamique à 20°C est de 1 Pa.s.

### V.1.1 Les mesures de vitesse

Les mesures sont réalisées dans la grande cellule de cisaillement (III.1.2). L'entrefer entre le plateau inférieur (fixe) et le disque supérieur (en rotation) est fixé à 20 mm. Les mesures sont effectuées sur tous les plans de 1 mm à 19 mm par pas de 1 mm. En suivant la technique d'analyse (III.3), les profils de vitesse pour chaque plan peuvent être obtenus et tracés en fonction du rayon (Figure V.1).

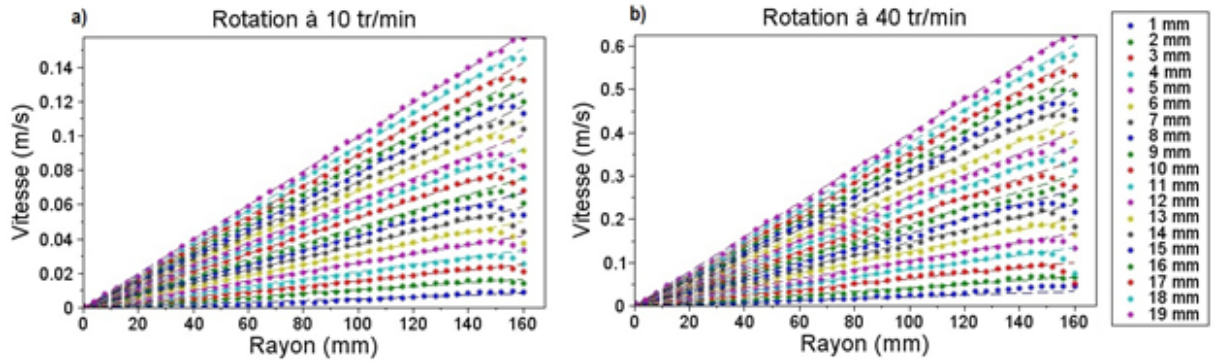


FIGURE V.1 – Évolution de la vitesse en fonction du rayon pour une huile newtonienne pour chaque plan de mesure allant de 1 mm à 19 mm dans l'entrefer de la grande cellule de cisaillement, pour une vitesse de rotation imposée du plateau supérieur de a) 10 tr/min et b) 40 tr/min.

Sur ces deux graphes, les mesures expérimentales sont représentées par des étoiles alors que les tirets représentent l'évolution de la vitesse théorique ( $V_{th}$ ) pour un fluide newtonien en écoulement entre deux plans parallèles.

$$V_{th} = r\Omega\frac{z}{h} \quad (V.1)$$

Cette vitesse dépend linéairement du rayon ( $r$ ), de la vitesse de rotation du plateau supérieur ( $\Omega$ ), du plan considéré ( $z$ ) et est inversement proportionnelle à la taille de l'entrefer ( $h$ ). Pour nos deux vitesses de rotation étudiées (10 tr/min et 40 tr/min), on retrouve une bonne concordance entre la théorie et l'expérimental. Afin de pousser un peu plus loin notre comparaison entre la vitesse théorique et la vitesse mesurée, nous pouvons nous intéresser à la vitesse adimensionnée. Nous allons alors définir trois grandeurs adimensionnées de la manière suivante :



$$\begin{cases} z^* &= z/h \\ R^* &= r/R \\ V^* &= V / \left( R \Omega \frac{z}{h} \right) \end{cases} \quad (\text{V.2})$$

Les grandeurs que nous utilisons sont :

- la taille de l'entrefer  $h$ ,
- le rayon intérieur de la cuve  $R$ ,
- la vitesse de rotation  $\Omega$ .

Celles-ci nous permettent alors d'obtenir une adimensionnalisation :

- du plan de mesure  $z : z^*$ ,
- du rayon  $r : R^*$ ,
- de la vitesse  $V : V^*$ .

Nous avons alors tracé l'évolution de la vitesse adimensionnée en fonction du rayon adimensionné pour les différents plans de mesure et pour les deux vitesses de rotation étudiées (Figure V.2).

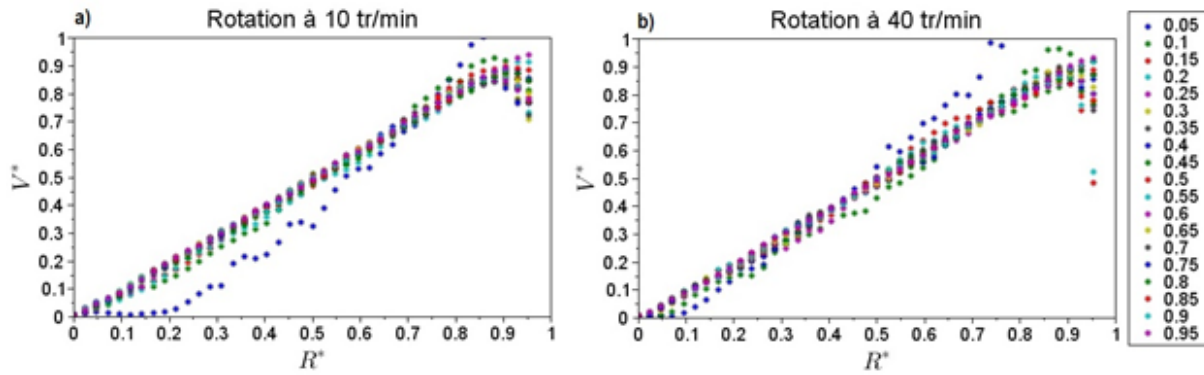


FIGURE V.2 – Évolution de la vitesse adimensionnée en fonction du rayon adimensionné pour chaque plan de mesure dans la grande cellule de cisaillement, pour une vitesse de rotation de a) 10 tr/min et b) 40 tr/min.

Ces deux graphes nous apportent deux résultats importants. Tout d'abord, nous avons une croissance linéaire de la vitesse adimensionnée en fonction du rayon adimensionné, de pente 1 pour des rayons inférieurs à 0,85. Cette évolution correspond à celle obtenue en théorie pour un fluide newtonien. Toutefois, nous pouvons remarquer que nous n'obtenons pas une droite parfaite mais plutôt une bande, l'épaisseur de celle-ci étant liée aux dispersions des mesures, aux erreurs de positionnement des plans laser et à la coplanéité de la cuve et de la nappe laser. De plus, pour les deux plans inférieurs ( $z^* = 0,05$  et  $z^* = 0,1$ ), les points de mesure sont plus éloignés de la droite. Ceci peut être expliqué par le fait que pour ces plans, les vitesses sont très faibles, en particulier près de l'axe de rotation, ce qui augmente les incertitudes de mesure. Pour remédier à cela, il faudrait adapter les délais laser pour chaque rayon en plus de chacun des plans. Ceci permettrait alors d'avoir un déplacement suffisant (au minimum de 10 pixels) pour diminuer ces incertitudes de mesure.

La deuxième remarque importante concerne les rayons supérieurs à 0,85. En effet, pour ceux-ci, la vitesse adimensionnée décroît, ce qui n'est pas prévu dans le cas du profil théorique. Ceci est dû aux effets de bord. Dans le cas de nos mesures, la géométrie que nous utilisons, en particulier le plateau inférieur, possède un bord pour former une cuve et ainsi retenir le fluide

dans l'entrefer. La présence de ce bord implique une vitesse nulle sur celui-ci. Or, pour un rayon  $R^* = 1$ , la vitesse du fluide est censée être maximum. Pour avoir une vitesse nulle sur le bord de la cuve, il faut que celle-ci diminue et cette chute sera d'autant plus importante que le plan considéré sera proche du plateau supérieur.

Remarque : sur nos profils de vitesses adimensionnées, le fait que nous ne retrouvions pas une vitesse nulle en  $R^* = 1$  n'est pas dû à du glissement au niveau des parois mais au fait que notre zone de visualisation n'est pas assez étendue pour aller jusqu'au bord de la cuve.

Une dernière étape peut être réalisée : la quantification de l'écart relatif entre la vitesse théorique et notre vitesse mesurée. Nous pouvons tracer l'évolution de cet écart en fonction du rayon et pour chacun des plans de mesure (Figure V.3).

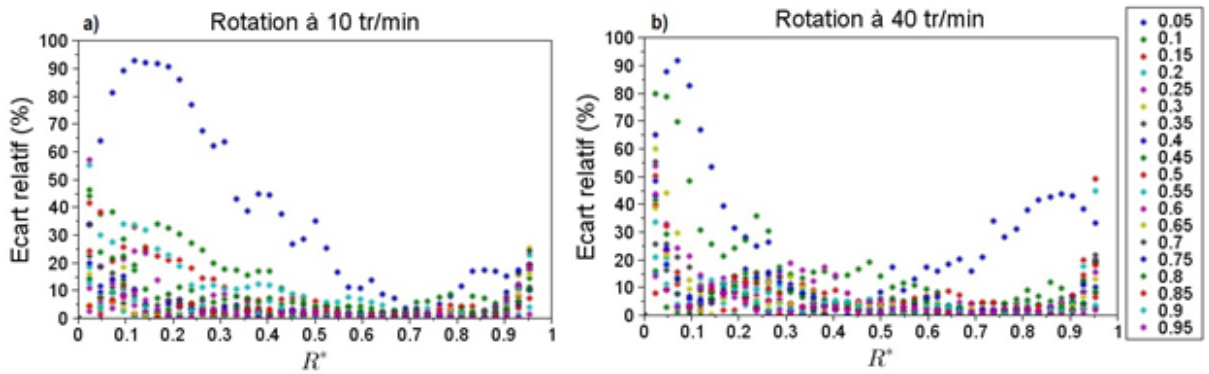


FIGURE V.3 – Évolution de l'écart relatif entre la vitesse théorique et la vitesse adimensionnée en fonction du rayon adimensionné pour chaque plan de mesure dans la grande cellule de cisaillement, pour une vitesse de rotation de a) 10 tr/min et b) 40 tr/min.

Nous constatons que, pour la plupart, les écarts relatifs sont inférieurs à 10%. Toutefois, ils sont plus importants pour les plans inférieurs et pour de faibles rayons. Ceci est dû au fait que dans ces zones, les vitesses mesurées sont faibles et donc la précision de mesure n'est pas aussi bonne que pour des rayons centraux. De plus, on remarque une légère hausse de l'écart relatif pour des rayons supérieurs à 0,85 causée par la chute de vitesse due aux effets de bord.

Ces écarts avec le profil de vitesse d'un fluide newtonien restant faibles (inférieurs à 10%), nos mesures de PIV sont acceptables, l'origine de ces écarts étant double. Tout d'abord, une partie est due à la qualité des réglages du montage comme la position des plans laser, leur finesse et leur planéité. D'un autre côté, la détection des différentes particules pendant le traitement est un point important et peut entraîner de forts écarts si les déplacements sont faibles comme ce que nous obtenons pour les plans inférieurs. Toutefois, ces mesures nous permettent de valider l'utilisation de cette technique pour réaliser des mesures de vitesses dans la grande cellule de cisaillement.

### V.1.2 L'évolution du gradient de vitesses dans l'entrefer

A partir des profils de vitesse obtenus (Figure V.1), nous pouvons calculer le gradient de vitesses dans tout l'entrefer de la cellule. Nous rappelons que dans le cas de cette géométrie, il est obtenu par :

$$\dot{\gamma}(r, z) = \sqrt{\left(\frac{\partial V}{\partial r} - \frac{V}{r}\right)^2 + \left(\frac{\partial V}{\partial z}\right)^2} \quad (\text{V.3})$$

Comme nous souhaitons l'obtenir à partir de nos mesures dont les valeurs sont connues sur un maillage de rayon, nous devons choisir un schéma pour calculer nos dérivées. Nous avons testé cinq schémas différents (quatre d'ordre 1 et un d'ordre 2) dont nous montrons les résultats en annexe A.6. Ces tests nous ont permis de choisir un schéma simple de différences centrées au premier ordre. La formule utilisée pour déterminer le gradient de vitesses en chaque point de l'entrefer est la suivante :

$$\dot{\gamma}(r_i, z_j) = \sqrt{\left(\frac{V_{i+1} - V_{i-1}}{r_{i+1} - r_{i-1}} - \frac{V_i}{r_i}\right)^2 + \left(\frac{V_{j+1} - V_{j-1}}{z_{j+1} - z_{j-1}}\right)^2} \quad (\text{V.4})$$

Nous avons alors besoin de conditions aux limites, surtout pour l'évolution suivant l'entrefer ( $z$ ).

- Condition aux limites 1 : une vitesse nulle au niveau du plateau inférieur  $\Rightarrow V(r, 0) = 0$ .
- Condition aux limites 2 : la vitesse de rotation du plateau supérieur  $\Rightarrow V(r, h) = r\Omega$ .

Les gradients de vitesses ainsi calculés sont alors tracés en fonction du plan de mesure et du rayon pour les deux vitesses de rotation étudiées (Figure V.4).

Remarque : avant le calcul du gradient de vitesses, une symétrie est appliquée aux profils de vitesse étant donnée la géométrie de notre écoulement.

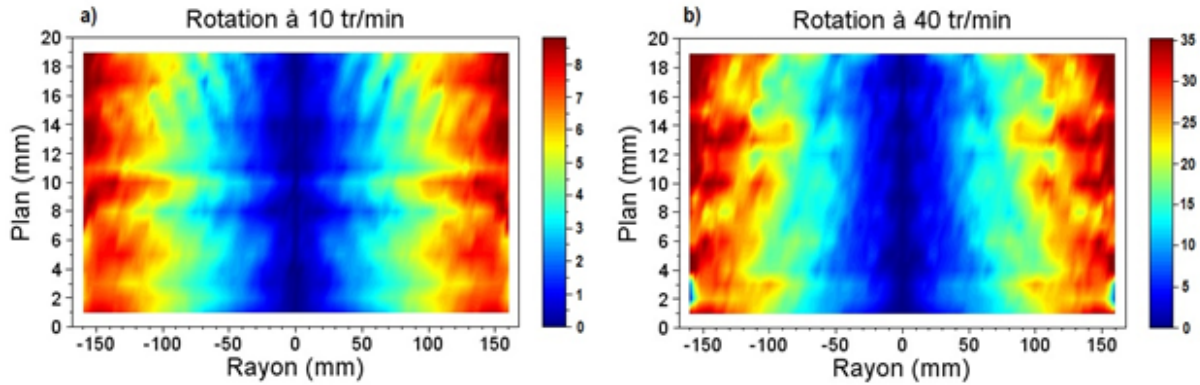


FIGURE V.4 – Évolution de l'écart relatif entre la vitesse théorique et la vitesse adimensionnée en fonction du rayon adimensionné pour chaque plan de mesure dans la grande cellule de cisaillement, pour une vitesse de rotation de a) 10 tr/min et b) 40 tr/min.

D'un point de vue général, même si nos mesures de vitesse sont correctes, nous retrouvons des variations sur nos champs de gradients de vitesses. Ceci est simplement dû au fait que la moindre variation de vitesse est amplifiée quand nous dérivons nos valeurs mesurées. De plus, nous avons vu dans le troisième chapitre de ce manuscrit que le terme d'évolution suivant l'entrefer est prépondérant. Or, nous avons réalisé une mesure tous les millimètres, ce qui n'est pas suffisant pour "lisser" les petites variations. Un maillage plus fin peut permettre de limiter leur impact et de retrouver une évolution plus "lisse" ressemblant d'avantage au gradient de vitesses théorique.

L'évolution que nous obtenons reste néanmoins semblable à la théorie. En effet, nous obtenons bien un gradient de vitesses nul sur l'axe central de rotation puis une augmentation progressive de celui-ci en fonction du rayon jusqu'à une valeur maximale atteinte au niveau du rayon du plateau supérieur. De plus, pour un rayon donné, le gradient de vitesses est constant suivant l'entrefer excepté sur les bords. En effet, dans cette zone, la vitesse chute d'une vitesse maximum à une vitesse nulle sur une très courte distance. Ceci a pour conséquence un gradient de vitesses plus élevé près du plateau supérieur alors qu'il est plus faible près du plateau inférieur.

### V.1.3 Conclusion partielle

Cette étude préliminaire sur un fluide newtonien nous a permis, dans un premier temps, de valider l'utilisation de la PIV comme technique de mesure de vitesse dans notre géométrie d'écoulement. Ensuite, nous avons pu déterminer comment obtenir le gradient de vitesses en chaque point de l'entrefer à partir de nos mesures de vitesse.

Ces mesures ont mis en évidence que la discrétisation des mesures suivant l'entrefer doit être suffisamment fine pour avoir une bonne résolution du gradient de vitesses. De plus, nous avons aussi pu remarquer que bien que les profils de vitesses suivent la théorie sur la majeure partie du rayon, ils en dévient quand on s'approche du bord pour atteindre une vitesse nulle sur le bord de la cuve.

## V.2 La solution pure de Milling Yellow

Pour la solution pure de Milling Yellow, les mesures de vitesse et de densité de franges sont réalisées simultanément pour chaque plan dans l'entrefer de la grande cellule de cisaillement. Pour ce fluide, l'entrefer entre les deux plateaux est fixé à 5 mm et les mesures sont réalisées pour des plans allant de 0,5 mm à 4,5 mm par pas de 0,5 mm. L'entrefer a été réduit (par rapport au cas de l'étude préliminaire) parce que la solution de Milling Yellow est trop diffusante et absorbante.

Tout d'abord, nous présentons les mesures de vitesse et les résultats obtenus pour le gradient de vitesses dans l'entrefer de la cellule. Ensuite, nous nous concentrons sur les mesures de densité de franges et le calcul de la contrainte. Enfin, nous construisons un rhéogramme local pour notre solution de Milling Yellow que nous comparons avec celui issu d'un essai de rhéométrie classique (II).

### V.2.1 Les mesures de vitesse

Les mesures ont été réalisées pour quatre vitesses de rotation différentes : 0,25 tr/min, 0,5 tr/min, 1 tr/min et 2 tr/min. Avec ces vitesses, nous savons que notre solution est newtonienne pour la plus faible vitesse de rotation et commence à devenir rhéofluidifiante pour les autres. Pour les mesures de vitesse, nous prenons 100 doublets d'images dans le but de minimiser les erreurs sur nos mesures. En appliquant le traitement présenté au troisième chapitre (III.3.3, mais avec une taille de fenêtre d'interrogation finale de  $32 * 32$  pixels), nous obtenons le profil de vitesse moyen présenté ci-dessous (Figure V.5).

Les profils de vitesse obtenus sont très bruités et ce surtout sur le centre de l'écoulement. On le remarque en observant dans un premier temps nos profils de vitesse (Figure V.5 a) mais surtout les champs rms (Figure V.5 c) pour lesquels on peut obtenir des valeurs de rms supérieures aux

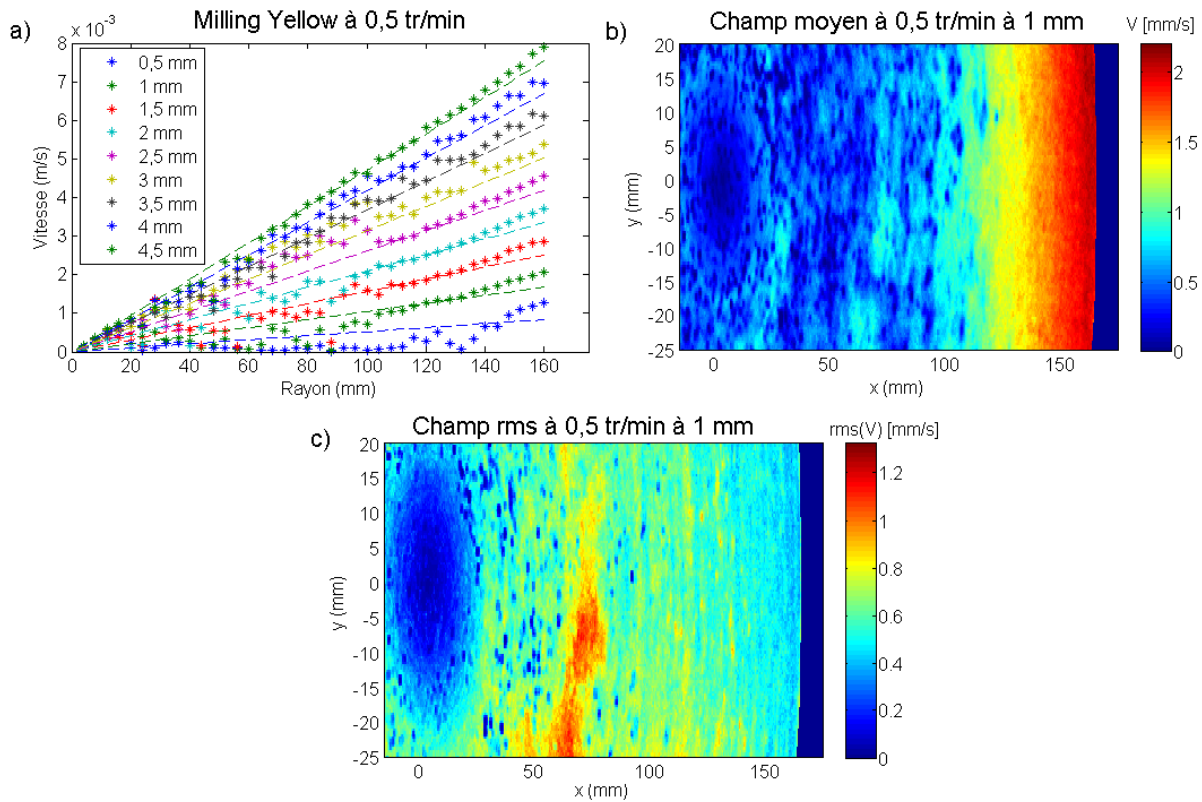


FIGURE V.5 – a) Évolution de la vitesse en fonction du rayon pour la solution pure de Milling Yellow pour une vitesse de rotation imposée du disque supérieur de 0,5 tr/min. b) Exemple de champ moyen de vitesses pour un plan à 1 mm et pour une vitesse de rotation de 0,5 tr/min. c) Exemple de champ rms associé au champ moyen de vitesses.

vitesses mesurées. Ceci est dû au fait que le Milling Yellow absorbe la lumière du laser qui est envoyé pour éclaircir les particules. Par conséquent, elles ne réfléchissent plus suffisamment de lumière et le rapport signal/bruit diminue, dégradant ainsi nos résultats. De plus, le plan laser n'est plus assez mince (à cause de la diffusion) et des corrélations erronées apparaissent avec des particules situées sur différents plans. Le bord extérieur est moins touché par ce phénomène car l'absorption de la lumière ne se fait pas encore ressentir au point "d'éteindre" les particules. Cela étant dit, le calcul d'un gradient de vitesses à partir de ces profils n'est pas réalisable. Nous devons donc les améliorer si nous souhaitons poursuivre l'étude avec cette solution de Milling Yellow. Pour ce faire, nous avons deux possibilités :

- le traitement des images de PIV

Sachant que notre problème vient d'un rapport signal/bruit qui diminue quand on s'approche du centre de la cellule de cisaillement (du fait de l'absorption de la solution) et que nous avons dû appliquer un filtre sur les images pour ne plus avoir les franges d'interférence pour le calcul de PIV, le nombre de particules visibles diminue. Par conséquent, la corrélation ne se fait pas correctement ce qui fait apparaître des zones à vitesse nulle (par manque de détection de particules). L'idée serait alors de trouver un traitement qui permettrait de supprimer les franges d'interférence tout en gardant l'intensité lumineuse des particules au centre de la cellule à son maximum. Nous n'avons pas choisi cette solution car nous avons trouvé un moyen rapide de corriger nos profils de vitesse sans avoir à modifier le traitement, nous faisant ainsi gagner



plusieurs jours de calcul.

- la filtration des profils de vitesse instantanés

L'option que nous avons choisie consiste à appliquer un filtre passe-bande sur nos profils de vitesse instantanés. En effet, les bords de nos images sont tout à fait exploitables, ce qui nous permet de nous baser sur nos mesures pour établir le filtre. De plus, sachant que dans la géométrie plan-plan le profil de vitesse pour chacun des plans doit suivre une évolution linéaire, nous utilisons nos profils moyens pour déterminer une régression linéaire à partir des derniers points de mesure (pour les rayons les plus grands). Ensuite, on applique un filtre à  $\pm 10\%$ , c'est-à-dire que pour chaque profil de vitesse instantané, on supprime tous les points qui ne sont pas compris dans la bande souhaitée. Enfin, un nouveau profil moyen est calculé à partir des profils instantanés filtrés.

En appliquant cette méthode, tous nos profils de vitesse ont pu être corrigés, ce qui nous fournit les graphes suivants (Figure V.6).

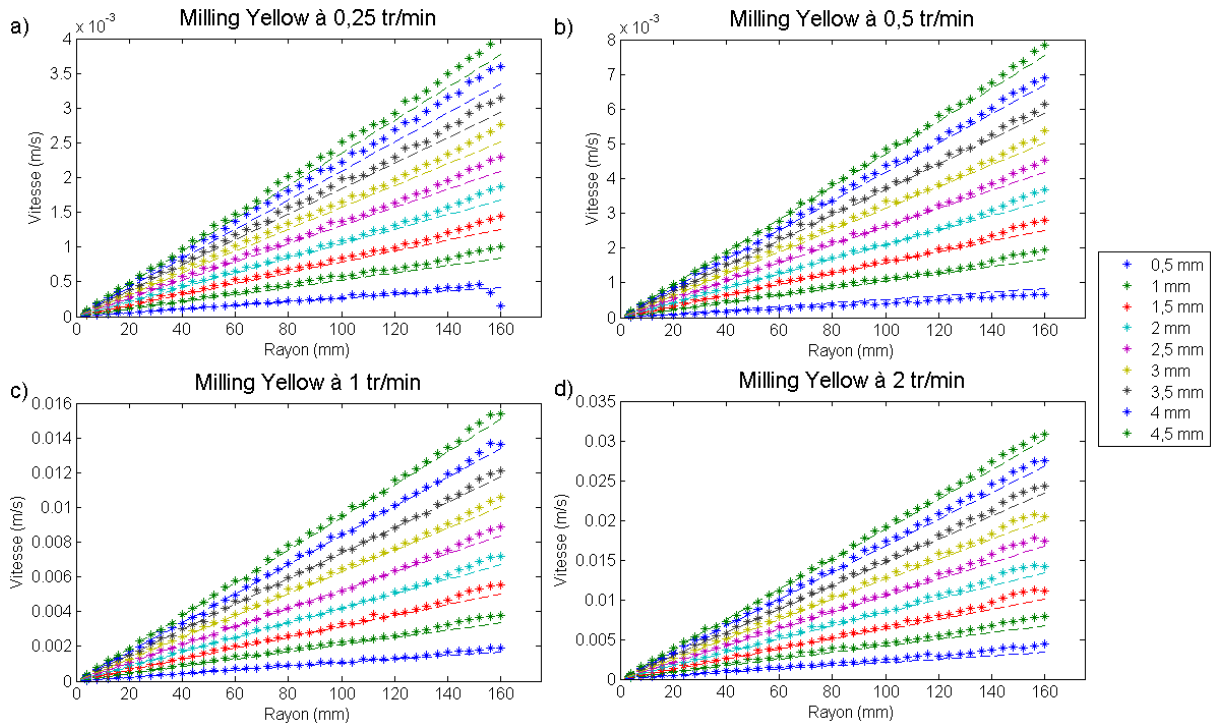


FIGURE V.6 – Évolution de la vitesse en fonction du rayon après filtration des profils instantanés pour la solution de Milling Yellow soumise à une rotation de a) 0,25 tr/min, b) 0,5 tr/min, c) 1 tr/min et d) 2 tr/min.

Comme dans le cas de l'huile, les droites en tirets représentent le profil de vitesse théorique pour un fluide newtonien. Nous constatons que tous les profils suivent ces droites. Ceci vient du filtre que nous avons utilisé pour lisser nos profils (en considérant que l'évolution de la vitesse en fonction du rayon suit une droite). Cette hypothèse est vérifiée car pour la plus faible vitesse de rotation, la solution de Milling Yellow est newtonienne et pour les vitesses de rotation plus élevées, elle est rhéofluidifiante mais avec une chute de viscosité assez faible. En effet, pour la vitesse de rotation la plus élevée, le gradient de vitesses maximum est de l'ordre de  $7 \text{ s}^{-1}$  ( $\dot{\gamma}_{max} = \frac{2\pi R_0 \Omega}{60h}$ ,  $R_0 = 168 \text{ mm}$  est le rayon du plateau supérieur,  $\Omega = 2 \text{ tr/min}$  est la vitesse de

rotation et  $h = 5$  mm est la taille de l'entrefer). Or d'après les résultats obtenus dans le second chapitre, la viscosité apparente pour cette solution, pour ce gradient de vitesses est de l'ordre de 0,7 Pa.s, alors que sa viscosité apparente "newtonienne" (pour les faibles gradients de vitesses) est de 1,07 Pa.s. On a donc une chute de viscosité apparente, au maximum, qui est de 33%.

Compte tenu du traitement que nous avons appliqué, l'évolution du gradient de vitesses (Figure V.7) est logiquement la même que pour un fluide newtonien.

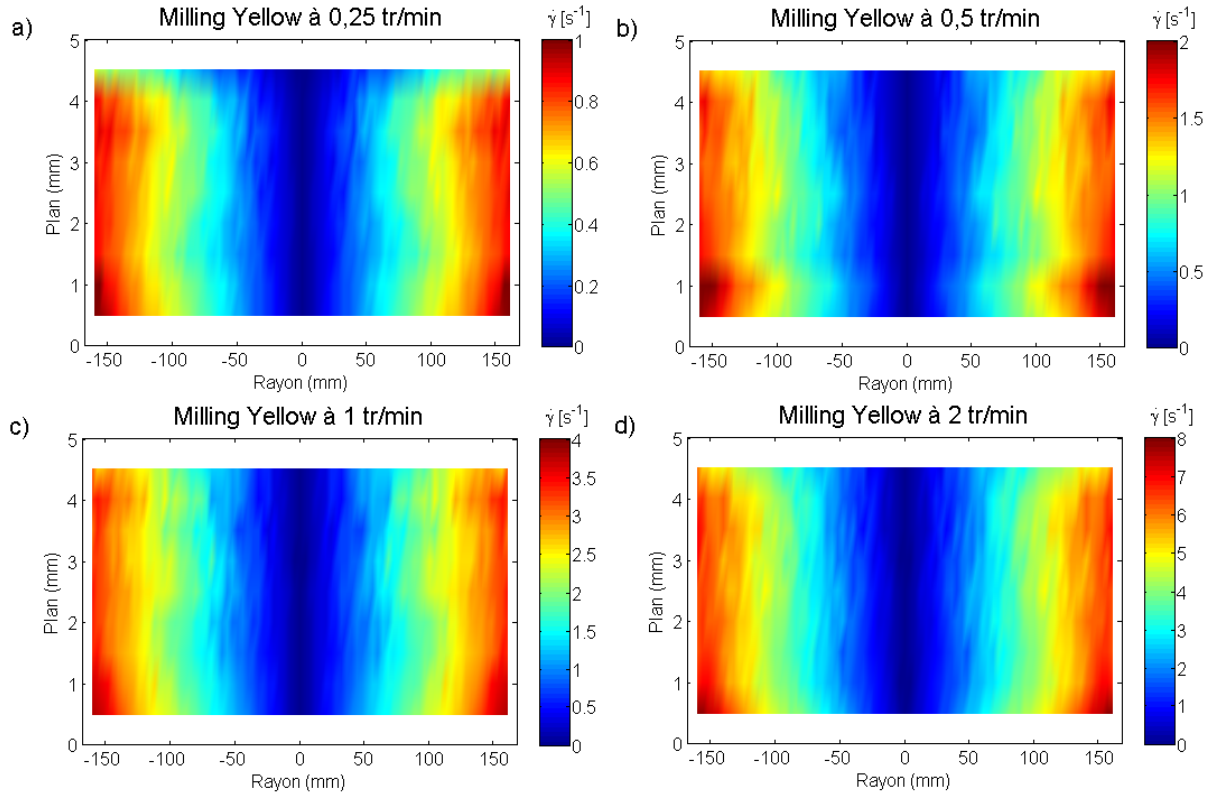


FIGURE V.7 – Évolution du gradient de vitesses en fonction du rayon et du plan de mesure pour la solution pure de Milling Yellow avec une vitesse de rotation de a) 0,25 tr/min, b) 0,5 tr/min, c) 1 tr/min et d) 2 tr/min.

Remarque : dans le cas des solutions de Milling Yellow, la symétrie sur les profils de vitesse a aussi été appliquée avant de calculer le gradient de vitesses, cette symétrie se justifiant par notre géométrie d'écoulement.

On retrouve en effet un gradient nul au centre de la cellule et qui augmente progressivement avec le rayon. Maintenant que nous avons notre gradient de vitesses dans la cellule, il ne nous manque plus que la contrainte pour obtenir un rhéogramme local pour notre solution pure de Milling Yellow.

## V.2.2 Les mesures de densité de franges

Les mesures de densité de franges sont réalisées en prenant une image de franges d'interférence pour chaque plan et chaque vitesse de rotation imposée. La technique de dépouillement est détaillée dans le troisième chapitre (§ III.2.2.1). Pour rappel, nous récupérons la phase indiquant le changement de franges (Figure V.8 a) que nous déroulons afin de déterminer l'ordre de franges



(Figure V.8 b).

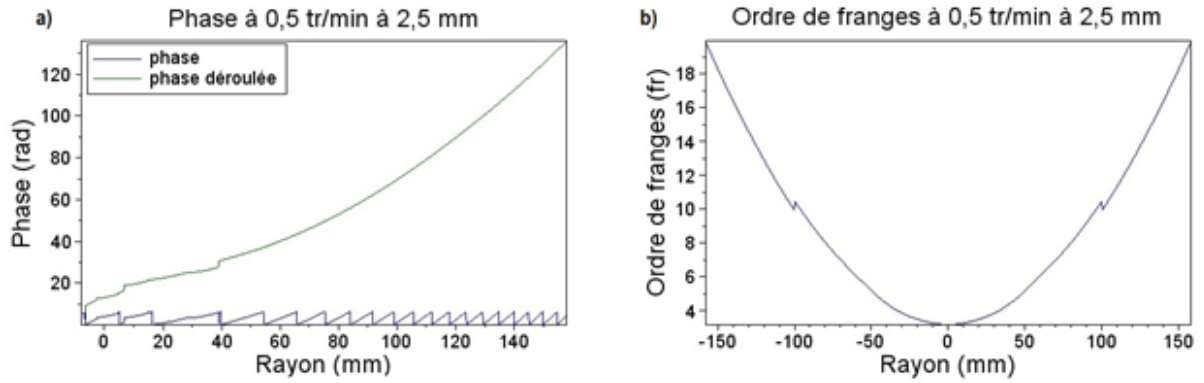


FIGURE V.8 – a) Évolution de la phase et de la phase déroulée en fonction du rayon pour la solution de Milling Yellow à une vitesse de rotation de 0,5 tr/min pour le plan à 2,5 mm. b) Évolution de l'ordre de franges associé à cette phase.

Comme nous pouvons le voir sur l'évolution de la phase, il y a quelques points qui ne sont pas bien résolus vers le centre de la cellule qui, comme pour les mesures de vitesse, sont dus à un rapport signal/bruit dégradé. Par conséquent, pour déterminer l'ordre de franges, nous décidons d'appliquer une symétrie par rapport au centre qui est justifiée par la géométrie de notre écoulement. Ensuite, nous appliquons un panneau glissant sur 1000 points pour des rayons inférieurs à 100 mm. Une fois l'ordre de franges obtenu, la densité de franges est déterminée à partir de la pente locale (régression linéaire sur 30 points de mesure) de l'évolution de l'ordre de franges en fonction du rayon. C'est ainsi que nous obtenons l'évolution présentée ci-dessous (Figure V.9).

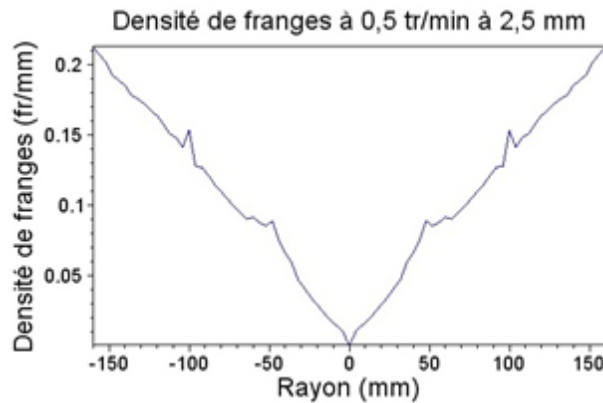


FIGURE V.9 – Exemple d'évolution de la densité de franges en fonction du rayon pour une vitesse de rotation de 0,5 tr/min et pour le plan à 2,5 mm.

Sur cette courbe, nous pouvons voir deux pics pour des rayons de 100 mm qui correspondent au raccordement entre la zone où nous appliquons un panneau glissant et la zone non lissée. Nous avons déterminé au chapitre précédent un coefficient tensio-optique pour la solution de Milling Yellow (de  $6,08 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}^{-1}$ ) qui va nous permettre de calculer la contrainte dans la cellule de cisaillement. Nous pouvons alors tracer l'évolution de la contrainte en fonction du plan de mesure et du rayon dans l'entrefer de notre cellule (Figure V.10).

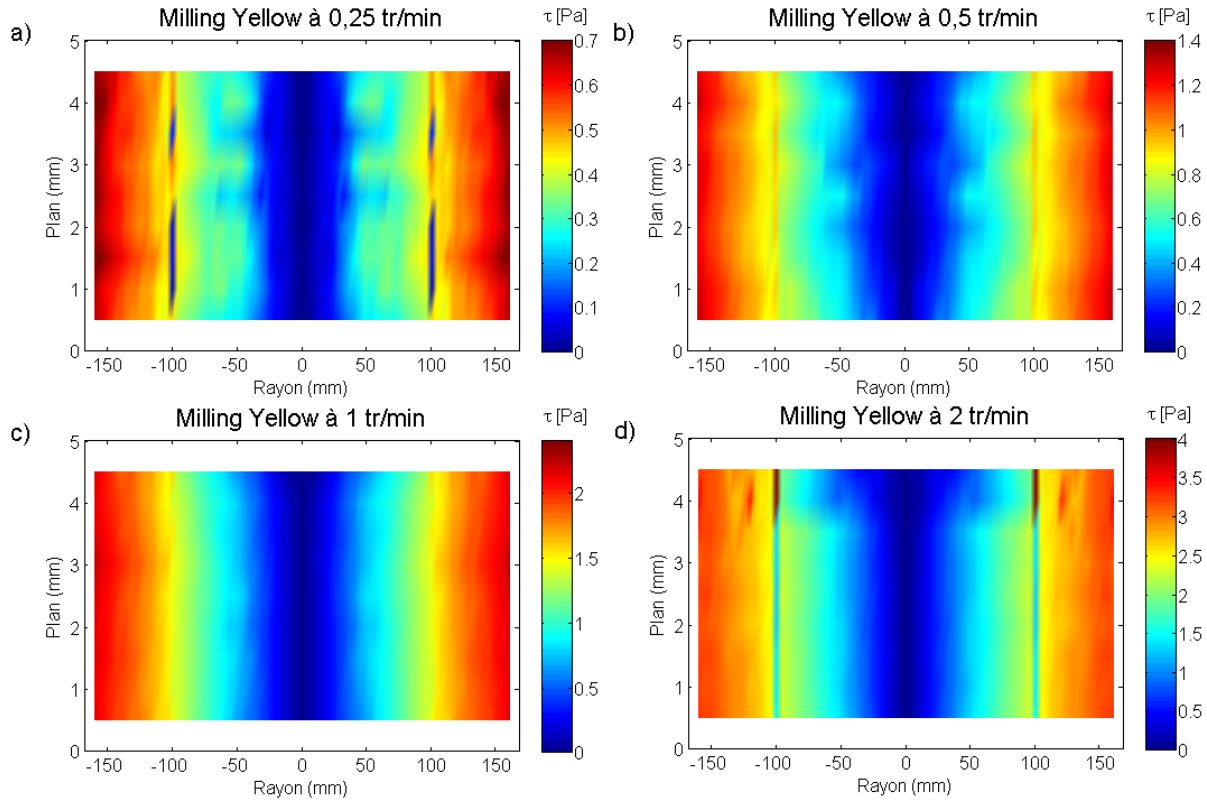


FIGURE V.10 – Évolution de la contrainte en fonction du rayon et du plan de mesure pour une solution de Milling Yellow, pour une vitesse de rotation de a) 0,25 tr/min, b) 0,5 tr/min, c) 1 tr/min et d) 2 tr/min.

Sur ces cartographies, nous pouvons constater que l'évolution de la contrainte est similaire à l'évolution du gradient de vitesses. En effet, nous avons une contrainte nulle au centre de la cellule. Ensuite, cette contrainte augmente progressivement jusqu'à la valeur maximale sur les bords. De plus, tout comme pour le gradient de vitesses, la contrainte est pratiquement constante pour un rayon donné, le fluide étant faiblement non-newtonien.

### V.2.3 La construction d'un rhéogramme local

La réussite des deux étapes du calcul d'un gradient de vitesses et d'une contrainte permet alors de construire un rhéogramme local pour notre solution pure de Milling Yellow.

Nous nous intéressons dans un premier temps au rhéogramme local construit pour chacune des vitesses de rotation regroupant les différents plans de mesure (Figure V.11).

Remarque : pour que la construction de ce rhéogramme ait un sens, il faut que le gradient de vitesses et la contrainte de cisaillement soient déterminés sur un même maillage du rayon.

Nous avons pour chacun de ces rhéogrammes quelques dispersions de mesures qui sont dues aux différentes étapes par lesquelles nous devons passer pour déterminer le gradient de vitesses et la contrainte. Il est normal que cette dispersion soit plus importante à 0,25 tr/min puisque les grandeurs mesurées sont plus faibles, même si l'on peut adapter les doublets d'images en PIV. Cependant, on retrouve, pour chacune des vitesses de rotation, l'allure générale d'un rhéogramme correspondant au comportement de notre solution de Milling Yellow. En effet,

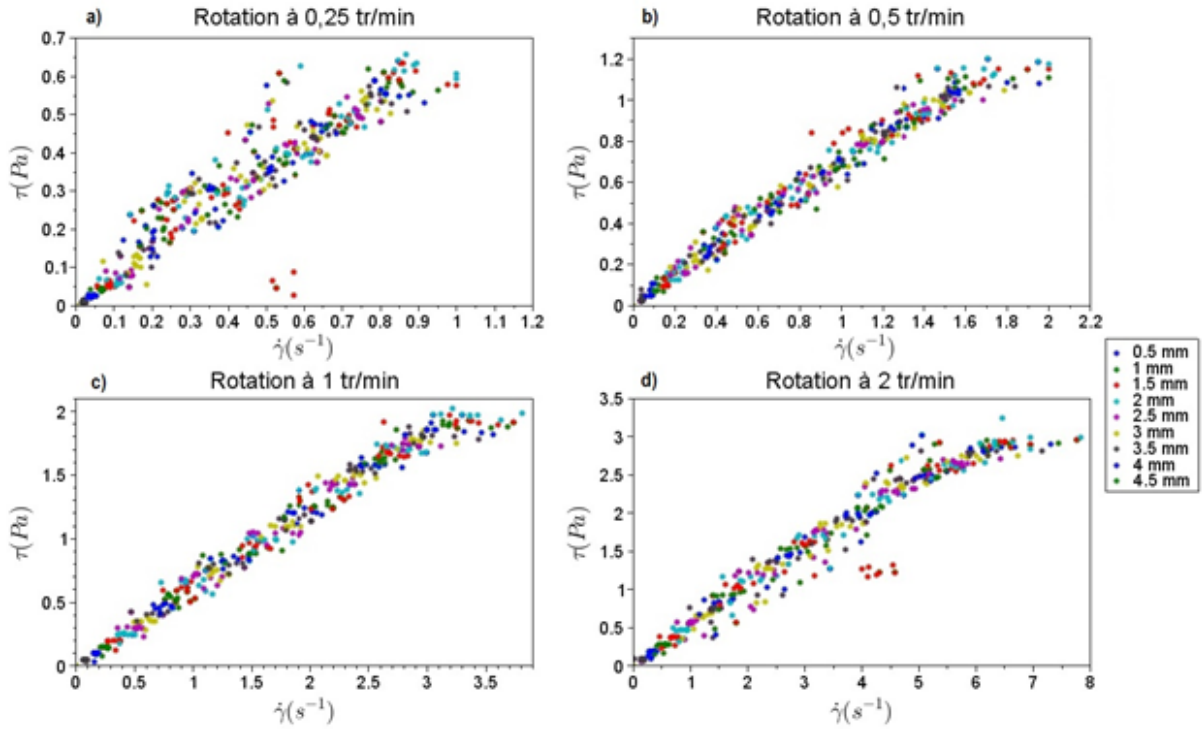


FIGURE V.11 – Rhéogrammes locaux pour la solution de Milling Yellow, pour les différents plans dans l'entrefer, pour une vitesse de rotation de a) 0,25 tr/min, b) 0,5 tr/min, c) 1 tr/min et d) 2 tr/min.

pour des gradients de vitesses inférieurs à  $1 \text{ s}^{-1}$ , nous obtenons une évolution linéaire, signe d'un comportement newtonien. Pour des gradients plus élevés, nous retrouvons une loi puissance avec un exposant proche de 0,91, comportement correspondant à un fluide rhéofluidifiant.

Pour avoir une vision plus nette, nous récupérons les valeurs de contrainte et de gradient de vitesses pour le plan médian ( $z = 2,5 \text{ mm}$ ) pour les quatre vitesses de rotation, que nous regroupons sur un même graphe avec le rhéogramme issu d'un essai classique de rhéométrie (Figure V.12).

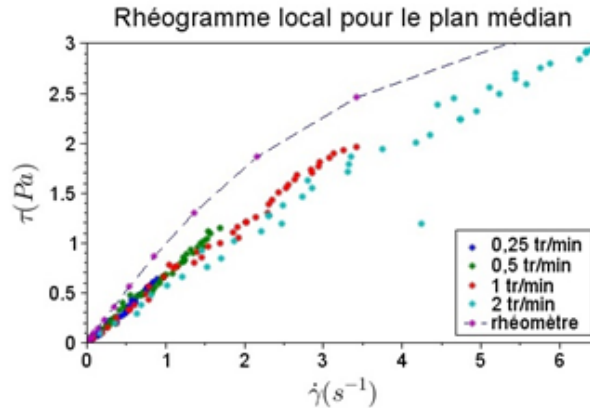


FIGURE V.12 – Rhéogramme local pour la solution de Milling Yellow comparé au rhéogramme obtenu classiquement en rhéométrie.

Nous retrouvons ici le même comportement de la solution avec deux rhéogrammes proches. Pour la partie newtonienne, la viscosité déterminée avec nos mesures locales est autour de 0,7 Pa.s alors que les mesures avec un rhéomètre conduisent à une viscosité de 1,07 Pa.s. L'écart entre les deux rhéogrammes est de l'ordre de 30%. Il s'explique principalement par les hypothèses que nous avons dû faire pour nos mesures locales, en particulier celle d'une évolution linéaire de la vitesse en fonction du rayon (ce qui nous a permis de corriger nos profils de vitesse qui n'étaient pas exploitables en l'état). De plus, la détermination du coefficient tensio-optique de la solution a un impact non négligeable sur la contrainte que nous obtenons et une variation, même minime de ce coefficient, peut très vite entraîner un écart important entre le rhéogramme local et le rhéogramme global. On peut aussi mettre en cause les effets de température. En effet, lorsque l'on réalise des mesures avec le rhéomètre, la température est contrôlée et maintenue constante à 20°C alors que pendant nos mesures locales, celle-ci n'a pas pu être maîtrisée. La présence du laser et l'échauffement qu'il engendre à l'intérieur de la solution peut alors être à l'origine de changements dans les propriétés rhéologiques de la solution. Enfin, les caractéristiques optiques du fluide ne sont pas favorables à la réalisation des mesures (ainsi qu'à leur exploitation) dans des conditions optimums du fait de la trop grande absorption et diffusion de la solution.

#### **V.2.4 Conclusion partielle**

Le couplage des mesures de vitesse par PIV et de contrainte par photoélasticimétrie semble être un bon moyen pour construire un rhéogramme local. En effet, même dans le cas de la solution pure de Milling Yellow P2 qui peut poser quelques problèmes d'un point de vue optique (à cause de sa capacité à absorber la lumière), nous avons été en mesure de reconstruire un rhéogramme local représentatif du comportement rhéologique de la solution à une échelle locale.

### **V.3 Les suspensions de Laponite**

Maintenant que nous avons vu qu'il était possible de construire un rhéogramme local pour un fluide au comportement rhéologique simple en couplant des mesures de PIV et de photoélasticimétrie, nous allons tenter de faire la même chose pour des suspensions de Laponite.

Cette partie est articulée comme la précédente. Nous présentons en premier les mesures de vitesse puis les mesures de densité de franges. Enfin, nous construisons un rhéogramme local pour les deux suspensions de Laponite étudiées : 2,2% et 2,7%.

Pour ces suspensions, l'entrefer entre le plateau inférieur et le plateau supérieur est de 20 mm. Une première série de mesures est réalisée pour des plans allant de 1 mm à 19 mm avec un pas de 1 mm. Nous présentons aussi un résultat de calcul de gradient de vitesses pour des mesures réalisées avec un pas de 0,5 mm pour des plans compris entre 0,5 mm et 19,5 mm.

#### **V.3.1 Le protocole de mesure**

Étant donné le caractère thixotrope des suspensions de Laponite, un protocole particulier est mis en place. Tout d'abord, nous mélangeons la suspension avec des billes de verre creuses recouvertes d'argent avec un homogénéiseur (ULTRA TURRAX T25) pendant 25 minutes. Puis, nous mettons en place la suspension pour la calibration des caméras. L'entrefer est alors rempli au fur et à mesure de la calibration. Puisqu'il faut prendre différentes images de la mire de calibration, la suspension est soumise, pendant cette étape, à de brèves rotations du

plateau supérieur de 2 tr/min. Une fois la calibration réalisée (après environ 3 heures), la mire est enlevée et le disque supérieur est plongé au maximum dans la suspension pour chasser les bulles d'air qui pourraient être présentes. Il est ensuite ramené à sa position finale (à 20 mm au-dessus du plateau inférieur) pendant que l'entrefer est de nouveau rempli. La suspension est alors soumise à un précisaillement à 100 tr/min pendant 1 heure, correspondant à un taux de cisaillement maximum de  $88 \text{ s}^{-1}$ . Pour savoir dans quel régime on se trouve (laminaire, transitoire ou turbulent), on calcule le nombre de Reynolds associé à ce taux de cisaillement.

$$Re = \frac{\rho * \Omega R * R}{\mu} \quad (\text{V.5})$$

Pour une vitesse de rotation de 100 tr/min, sur le bord du plateau supérieur ( $R = 168 \text{ mm}$ ), pour une suspension de Laponite à 2,7% ( $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$  et  $\mu = 0,421 \text{ Pa.s}$  (cf. § II.2.3.2)), le nombre de Reynolds obtenu est de 702, ce qui signifie que même pour notre vitesse maximum, notre écoulement est laminaire.

Ensuite, nous appliquons la vitesse de rotation souhaitée pour l'étude pendant 1 heure. Durant cette heure d'établissement, nous effectuons les réglages pour effectuer les mesures. Une fois l'heure écoulée, nous commençons les acquisitions de photoélasticimétrie puis de PIV pour chaque plan de mesure, du plan le plus près du plateau supérieur au plan le plus près du plateau inférieur. La durée totale de ces acquisitions est d'environ 1,5 heure. Ensuite, nous appliquons de nouveau le précisaillement à 100 tr/min pendant 1 heure pour retrouver l'état initial de notre suspension et ainsi commencer une nouvelle série de mesure pour une autre vitesse de rotation (plus faible).

Remarque : bien que nous appliquons un précisaillement avant chaque palier de vitesse dans la grande cellule de cisaillement, l'histoire réelle de la suspension ne correspond pas à l'application de précisaillements avant chaque mesure lors de la détermination des lois rhéo-optiques dans le rhéomètre SR5. Elle correspond plus à l'application de paliers successifs par valeurs décroissantes. C'est pourquoi nous utilisons les lois rhéo-optiques obtenues dans ces conditions et non celles obtenues après l'application d'un précisaillement avant chaque contrainte.

Les vitesses de rotation appliquées sont de 20 tr/min et 10 tr/min pour la suspension à une concentration pseudo-massique de 2,2% et de 40 tr/min et 20 tr/min pour la suspension à 2,7%.

### V.3.2 Les mesures de vitesse

En utilisant la technique de dépouillement présentée au troisième chapitre de ce manuscrit (§ III.3), nous obtenons les évolutions de la vitesse en fonction du rayon (Figure V.13) pour chacune de nos suspensions et pour chacune des vitesses de rotation imposées.

Remarque : Une estimation d'erreur sur les mesures de vitesse peut être faite en considérant que  $\Delta V = V \left( \frac{\Delta d}{d} + \frac{\Delta t}{t} \right)$  avec  $\Delta V$  l'erreur sur la vitesse,  $V$  la vitesse mesurée,  $\Delta d$  l'erreur sur la distance  $d$  parcourue par une particule et  $\Delta t$  l'erreur sur le temps d'acquisition  $t$ . En prenant l'exemple de la suspension à 20 tr/min pour le plan médian au  $2/3$  du rayon, on a  $V = 0,13 \text{ m/s}$ ,  $t = 20000 \text{ } \mu\text{s}$ ,  $d = 32 \text{ pixels}$ ,  $\Delta d = 0,1 \text{ pixel}$  et  $\Delta t = 100 \text{ ns}$ . Ceci nous conduit à une erreur sur la vitesse de  $4.10^{-4} \text{ m/s}$ . Par conséquent, les barres d'erreur sur nos points de mesures ne sont pas représentés sur les figures.

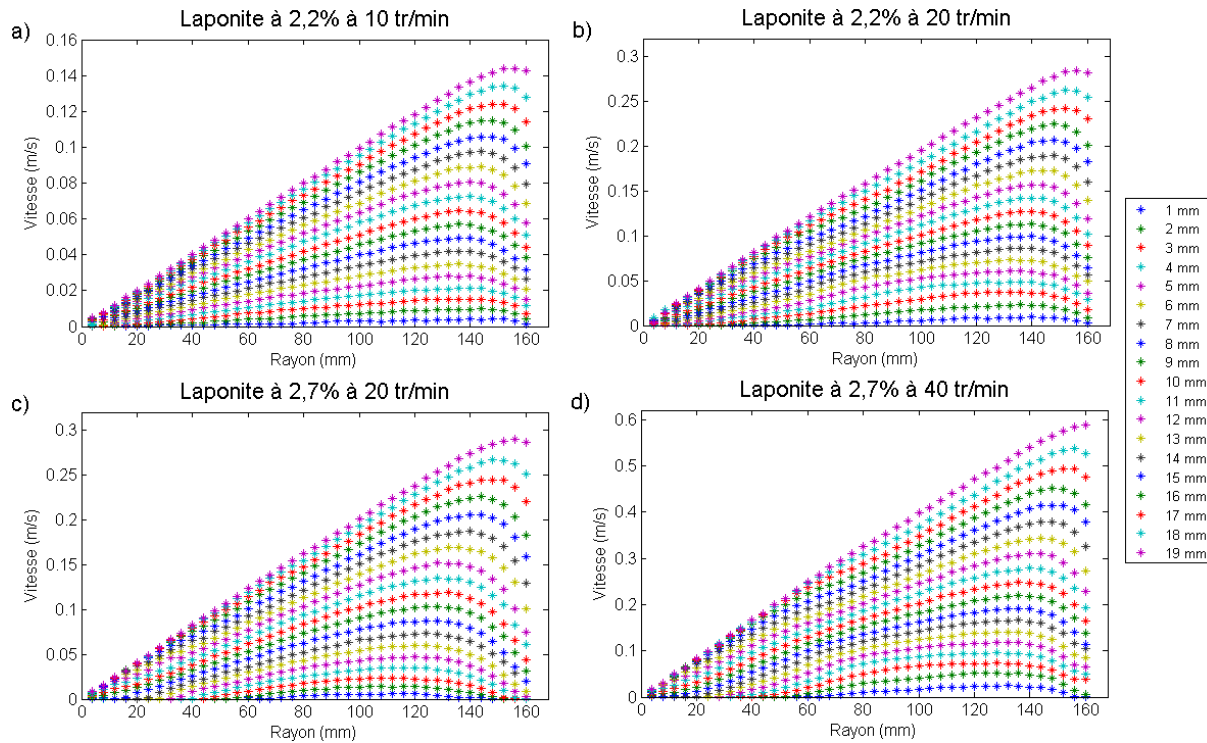


FIGURE V.13 – Évolution de la vitesse en fonction du rayon pour une vitesse de rotation a) de 10 tr/min, b) de 20 tr/min pour une suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,2% et c) de 20 tr/min et d) 40 tr/min pour une suspension à 2,7%.

Apparemment tous les profils de vitesses obtenus sont identiques. Toutefois, il est facilement remarquable pour la suspension à 2,7% que, pour les plans inférieurs, la vitesse est nulle pour des rayons proches du centre. Ceci tend à montrer que nous avons la présence d'une zone solide (à vitesse nulle) dans cette région de la géométrie. On remarque également que pour les plans supérieurs, les profils de vitesses dans la région centrale se superposent. Ceci indique que les vitesses de rotation pour ces plans sont identiques. Par conséquent, nous visualisons ici une zone solide entraînée en rotation par le plateau supérieur.

Un moyen de vérifier ceci est de calculer le gradient de vitesses. En effet, si celui-ci est nul alors nous avons la preuve de la présence d'une zone solide. Comme nous avons pu le voir avec les essais précédents sur l'huile et la solution de Milling Yellow, l'utilisation d'un schéma aux différences centrées d'ordre 1 est suffisante pour avoir un calcul du gradient de vitesses correct. Nous l'utilisons donc pour obtenir nos gradients dans l'entrefer de la cellule pour nos deux suspensions de Laponite (Figure V.14).

Nous pouvons remarquer sur ces cartographies trois zones distinctes :

- la zone centrale pour des rayons inférieurs à 60 mm,
- la zone intermédiaire pour des rayons compris entre 60 mm et 140 mm,
- la zone de bord pour des rayons supérieurs à 140 mm.

Dans la troisième zone ( $r > 140$  mm), nous pouvons observer l'influence des effets de bord. En effet, pour la partie supérieure ( $z > 11$  mm), la vitesse chute d'une valeur maximale à une valeur nulle sur le bord de la cuve. Ceci implique que le gradient de vitesses dans cette



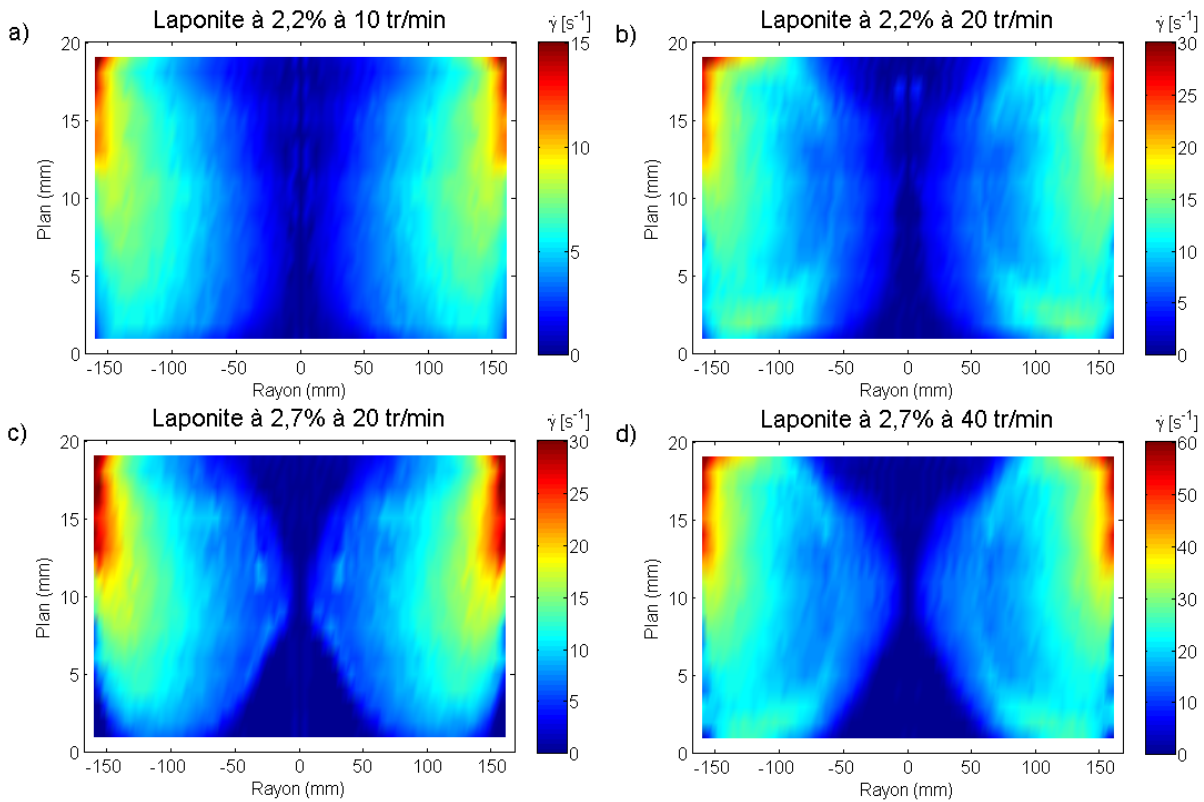


FIGURE V.14 – Évolution du gradient de vitesses en fonction du rayon et du plan de mesure pour une vitesse de rotation a) de 10 tr/min, b) de 20 tr/min pour une suspension de Laponite à 2,2% et c) de 20 tr/min et d) 40 tr/min pour une suspension à 2,7%.

zone est important, d'autant plus que cette chute est brutale pour les plans les plus proches du plateau supérieur. Dans la partie inférieure ( $z < 9$  mm), nous retrouvons un gradient de vitesses nul. Ceci met en évidence que toutes les vitesses sont nulles dans cette partie et que par conséquent, nous avons la présence d'une zone solide. En effet, puisque le plateau inférieur est fixe, la suspension qui est en contact avec lui est au repos et se structure au cours du temps. Pour contrer cette structuration et ne pas avoir de développement de cette zone solide, il faudrait que la suspension soit suffisamment cisailée par les couches supérieures, ce qui n'est pas le cas compte tenu des conditions aux limites qui imposent une vitesse nulle au niveau des parois. De plus, nous pouvons remarquer que pour une même suspension, la zone à gradient de vitesses nul sur les bords est plus étendue pour la plus faible vitesse de rotation imposée. Ceci tend à confirmer que la suspension s'est plus restructurée et que nous avons le développement d'une zone solide dans les coins inférieurs de notre géométrie.

La zone intermédiaire ( $60 \text{ mm} < r < 140 \text{ mm}$ ) est une zone d'écoulement puisque nous retrouvons une évolution du gradient de vitesses similaire à celle de la solution de Milling Yellow et de l'huile. En effet, le gradient de vitesses est constant pour un rayon donné exception faite des deux plans inférieurs. Pour ces plans, la suspension est très peu sollicitée ce qui fait que les vitesses y sont quasiment nulles. De plus, le gradient de vitesses augmente progressivement en fonction du rayon jusqu'à la zone de bord.

Enfin, dans la zone centrale ( $r < 60 \text{ mm}$ ), nous pouvons remarquer deux parties à gradient de vitesses nul. Or, si ceci indique la présence d'une zone solide, cela signifie que nous avons

deux parties solides dans la zone centrale de notre géométrie, comme nous avons pu le voir directement sur les profils de vitesse. Dans la partie inférieure, nous retrouvons un cône solide fixe. En effet, celui-ci est connecté au plateau inférieur qui est immobile donc la suspension à cet endroit est dans un état solide et immobile. Au contraire, dans la partie supérieure, le cône observé est certes solide mais il est entraîné en rotation par le plateau supérieur. On retrouve alors dans cette zone centrale un cône solide fixe et un cône solide en rotation qui sont probablement le résultat de la rupture d'un barreau solide central sous l'effet de la déformation de torsion infinie engendrée par le mouvement du plateau supérieur. Dans le cas d'un solide soumis à une torsion, le lieu de la rupture est imprévisible. Il se trouve que dans le cas de ces essais, celle-ci s'est produite au milieu de l'entrefer. Cependant, nous avons réalisé d'autres mesures de PIV pour une suspension de Laponite à 2,7% et nous n'obtenons plus le même lieu de rupture (Figure V.15).

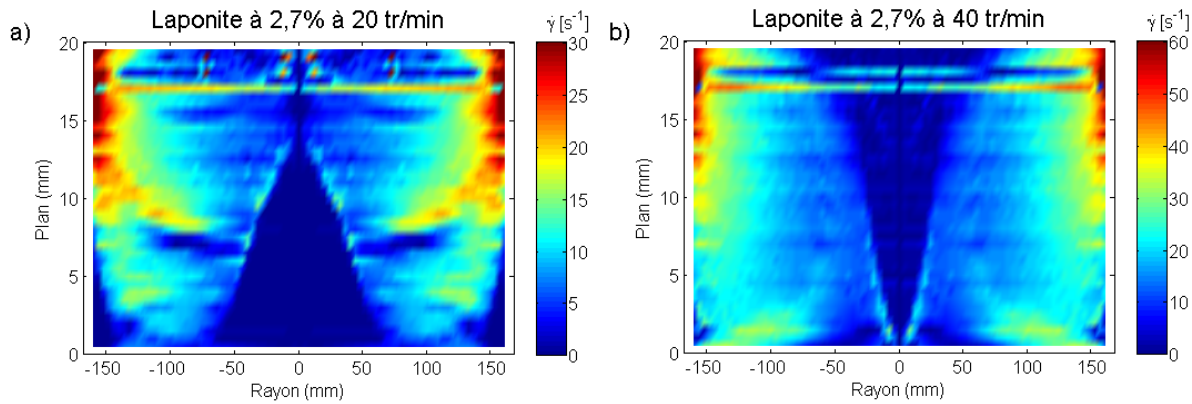


FIGURE V.15 – Évolution du gradient de vitesses en fonction du rayon et du plan de mesure pour une suspension de Laponite à une concentration de 2,7% soumise à une vitesse de rotation a) de 20 tr/min et b) de 40 tr/min. Les deux mesures sont réalisées sur deux jours consécutifs donc avec un changement de fluide entre temps.

Puisque nous avons vu que le terme dominant du gradient de vitesses est celui suivant l'entrefer, lors de cette seconde série de mesures, nous avons réalisé des mesures pour des plans espacés de 0,5 mm et allant de 0,5 mm à 19,5 mm, ce qui nous permet d'améliorer la précision du calcul du gradient de vitesses. Les deux vitesses de rotation ont été imposées sur deux jours consécutifs (étant donné la durée des acquisitions qui est doublée par rapport aux mesures précédentes) donc le fluide a été retiré de l'espace de mesure puis remis en place pour la seconde vitesse. On constate que l'on retrouve la même évolution du gradient de vitesses dans la zone intermédiaire et dans la zone de bord (pour différentes séries de mesures). Dans la zone centrale, on retrouve notre barreau solide qui s'est rompu sous l'effet de la torsion. Dans un cas (à 20 tr/min), nous avons un grand cône solide fixe alors que pour l'autre cas (à 40 tr/min), le cône solide observé est entraîné en rotation et nous n'avons quasiment pas de cône fixe. Ceci illustre bien le fait que la localisation de la rupture est complètement aléatoire.

### V.3.3 Les mesures de densité de franges

Les mesures de densité de franges sont réalisées en prenant 16 images des franges d'interférence pour chaque plan et chaque vitesse de rotation pour nos deux suspensions de Laponite. Nous utilisons pour ces fluides la technique de décalage de phase décrite au troisième chapitre de ce manuscrit (§ III.2.2.2). Le logiciel utilisé pour traiter les données nous permet d'obtenir



directement la phase déroulée dont nous donnons un exemple correspondant au plan médian pour chacune des suspensions étudiées (Figure V.16 a et b).

**Laponite à 2,2% à 20 tr/min à 10 mm      Laponite à 2,7% à 20 tr/min à 10 mm**

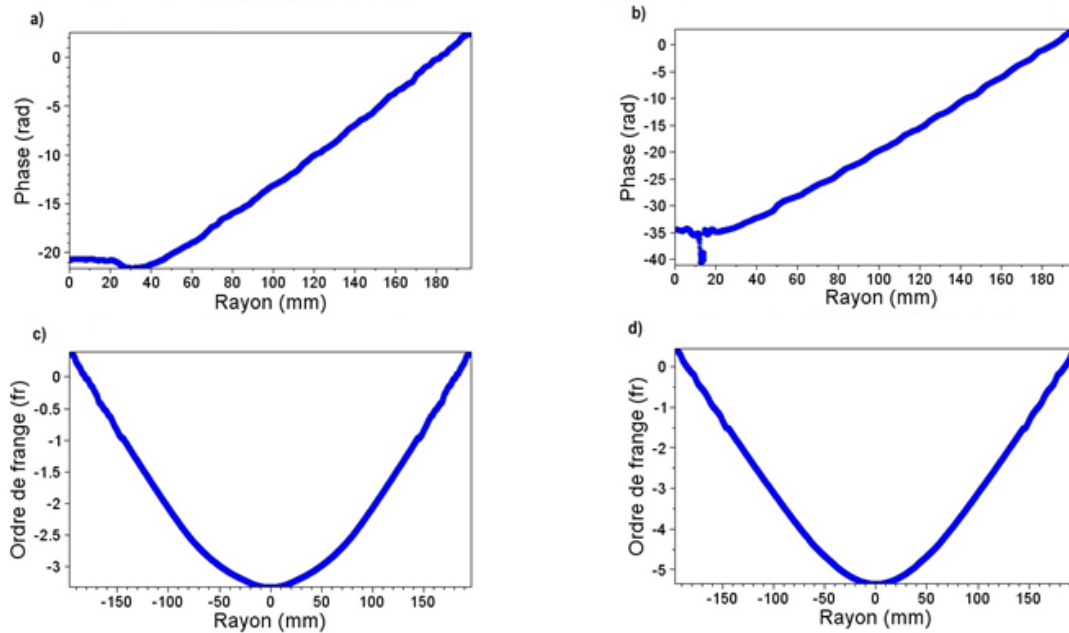


FIGURE V.16 – Évolution de la phase déroulée en fonction du rayon pour une suspension de Laponite à une concentration de a) 2,2% et b) 2,7% pour une vitesse de rotation de 20 tr/min et pour le plan médian ( $z = 10$  mm). Évolution de l'ordre de franges associé à ces phases pour la suspension à c) 2,2% et d) 2,7%.

Comme ce qui a pu être fait pour la solution de Milling Yellow, nous appliquons en premier lieu une symétrie par rapport au centre de la géométrie. Ensuite, nous appliquons un panneau glissant pour des rayons inférieurs à 145 mm, dont la largeur correspond au double du nombre de points entre le rayon maximum et le rayon limite (de 145 mm). Ceci nous permet d'obtenir les évolutions d'ordre de franges présentées pour les deux suspensions (Figure V.16 c et d). Enfin, la densité de franges est déterminée comme étant la pente locale (régression linéaire sur 100 points) de l'évolution de l'ordre de franges en fonction du rayon. Ceci nous permet alors de tracer la variation de densité de franges en fonction du rayon et du plan de mesure pour toutes les vitesses de rotation imposées à chacune des suspensions étudiées (Figure V.17).

Nous constatons que l'évolution de la densité de franges en fonction du rayon et du plan de mesure est indépendante de la vitesse de rotation et de la concentration de la suspension. De plus, on remarque la présence d'une zone centrale ( $r < 60$  mm), comme pour l'évolution du gradient de vitesses, où la densité de franges passe d'une valeur nulle sur l'axe de rotation à une valeur quasiment constante dans la zone intermédiaire ( $60 \text{ mm} < r < 140$  mm).

En ce qui concerne les bandes sur les bords, elles correspondent à la demi-largeur du panneau glissant appliqué sur l'ordre de franges. Ensuite, si nous considérons les résultats obtenus pour une vitesse de rotation à 20 tr/min pour les deux suspensions (Figure V.17 b et c), nous pouvons voir que sous une même sollicitation, la suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,2% est moins biréfringente que celle à 2,7% puisque la densité de franges est plus faible. De plus, nous pouvons constater qu'en dehors de la zone voisine du plan inférieur, la

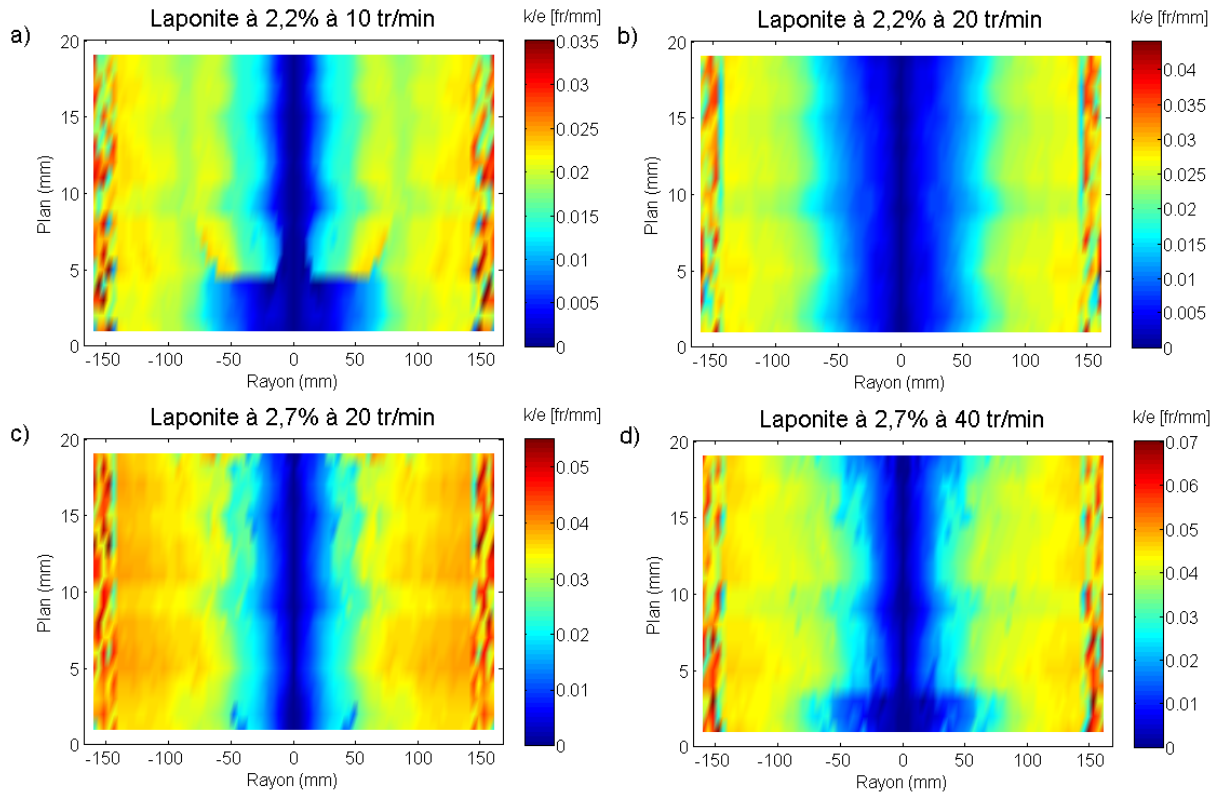


FIGURE V.17 – Cartographies de la densité de franges en fonction du rayon et du plan de mesure pour une suspension de Laponite à 2,2% pour des vitesses de rotation de a) 10 tr/min et b) 20 tr/min et pour une suspension à 2,7% pour des vitesses de rotation de c) 20 tr/min et d) 40 tr/min.

densité de franges ne dépend pas du plan de mesure (elle est constante pour un rayon donné). Par conséquent, nous pouvons étudier son évolution en fonction du rayon pour un plan donné (Figure V.18), par exemple pour le plan médian.

Sur ces deux courbes (Figure V.18 a et b), les mesures sont représentées par les points et les lignes continues ont été rajoutées pour aider à la compréhension des explications. Nous pouvons distinguer trois zones : la zone centrale, la zone de transition et la zone en écoulement. Dans la zone centrale, nous retrouvons notre suspension à un état solide. On observe alors une croissance linéaire de la densité de franges en fonction du rayon. Cela correspond bien à une évolution proportionnelle de la contrainte dans un solide de révolution en torsion. Cette évolution se poursuit jusque sur les bords du cône solide (voir les mesures de gradient de vitesses Figure V.14). Une fois cette frontière atteinte, nous passons dans une zone de transition où nous retrouvons une suspension dans un état de structure mixte entre le solide et le fluide. On peut penser que les deux états cohabitent dans cette zone où la densité de franges évolue peu en fonction du rayon. Enfin, dans la zone en écoulement, la suspension est complètement fluide. La densité de franges présente alors une évolution en loi puissance correspondant au comportement rhéologique des ces suspensions une fois en écoulement.

### Laponite à 2,2% à 20 tr/min à 10 mm    Laponite à 2,7% à 20 tr/min à 10 mm

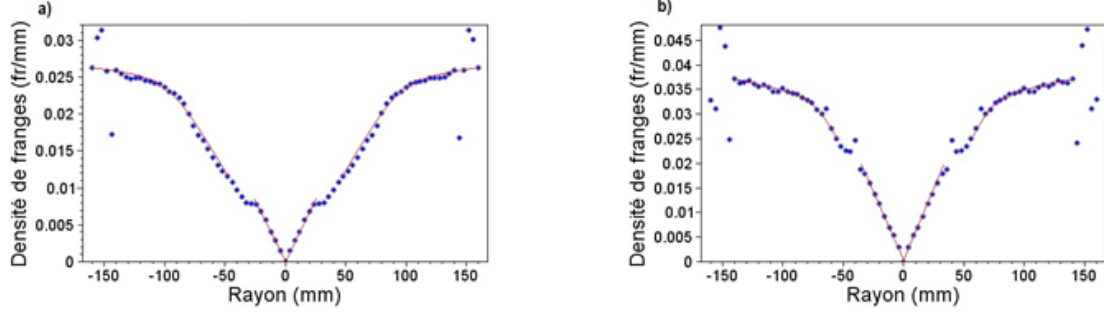


FIGURE V.18 – Évolution de la densité de franges en fonction du rayon pour le plan médian ( $z = 10$  mm), pour une vitesse de rotation de 20 tr/min et pour une suspension de Laponite à une concentration de a) 2,2% et b) 2,7%.

#### V.3.4 La construction d'un rhéogramme local

Après avoir pu observer l'évolution du gradient de vitesses et de la densité de franges dans l'entrefer de la cellule de cisaillement, nous nous intéressons maintenant à la construction d'un rhéogramme local pour chacune de nos suspensions. Nous devons donc calculer la contrainte à partir de la densité de franges mesurée. Pour cela, nous avons déterminé au chapitre précédent des lois rhéo-optiques, deux pour chaque suspension, chacune correspondant à un état de la suspension (solide ou liquide). Pour clarifier le propos, nous avons réalisé un schéma de ces lois rhéo-optiques (Figure V.19).

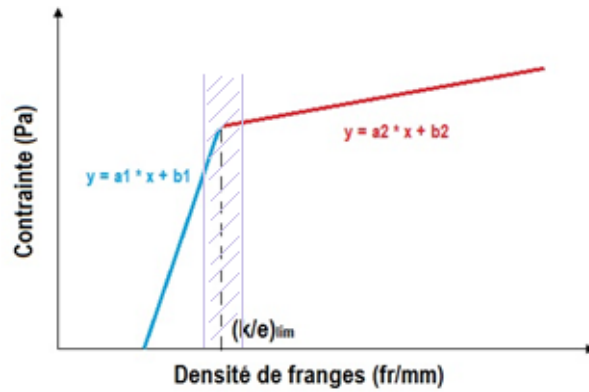


FIGURE V.19 – Schématisation des lois rhéo-optiques pour une suspension de Laponite dans un état solide (en bleu) et un état liquide (en rouge).

Nous rappelons les lois rhéo-optiques obtenues dans un rhéomètre avec une géométrie à cylindres coaxiaux dans le cas d'application de paliers de contraintes successifs par valeurs décroissantes pour une suspension de Laponite à une concentration de 2,2% (Équation V.6) et de 2,7% (Équation V.7).

$$\tau = \begin{cases} 2873,1 \frac{k}{e} - 30,047, & \tau < \tau_s \\ 381,72 \frac{k}{e} + 2,9509, & \tau \geq \tau_s \end{cases} \quad (V.6)$$

$$\tau = \begin{cases} 3937,7 \frac{k}{e} - 87,104, & \tau < \tau_s \\ 253,51 \frac{k}{e} + 11,149, & \tau \geq \tau_s \end{cases} \quad (V.7)$$

Pour chacune de nos suspensions et pour chaque vitesse de rotation imposée, nous récupérons la valeur de la densité de franges en chaque point de l'entrefer. Nous définissons une valeur de densité de franges limite  $((k/e)_{lim})$ , pour laquelle la suspension passe d'un état solide à un état liquide, à partir de l'intersection des deux lois rhéo-optiques. Dans l'entrefer de la cellule de cisaillement, si la densité de franges mesurée est inférieure à la densité de franges limite, alors on applique la loi rhéo-optique solide. Par contre, si elle est supérieure, on applique la loi rhéo-optique liquide. Ceci nous permet d'obtenir les rhéogrammes suivants (Figure V.20).

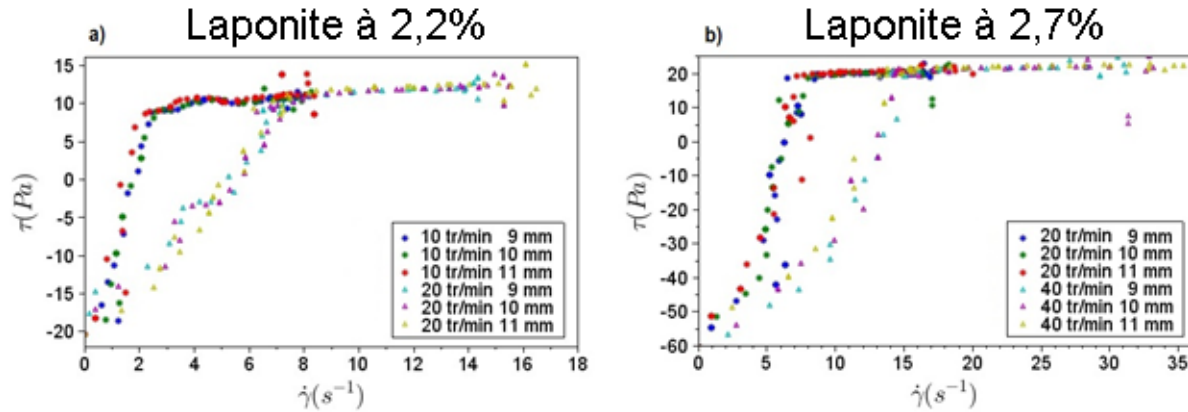


FIGURE V.20 – Rhéogramme local pour une suspension de Laponite à une concentration de a) 2,2% et b) 2,7%, pour les deux vitesses de rotation imposées et pour trois plans au centre de la cellule ( $z = 9$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 11$  mm). Les rhéogrammes sont obtenus à partir des deux lois rhéo-optiques solide et liquide.

Pour une meilleure clarté, nous avons tracé, pour chacune des vitesses de rotation, l'évolution de la contrainte en fonction du gradient de vitesses pour les trois plans au centre de la cellule ( $z = 9$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 11$  mm). Nous pouvons remarquer, dans un premier temps, que pour une vitesse de rotation donnée, les résultats sur trois plans de mesure conduisent bien au même rhéogramme, seule la plage de gradient de vitesses varie. Par conséquent, le choix des plans centraux semble être le plus judicieux au vu de l'analyse des résultats sur le gradient de vitesses. En effet, la construction d'un rhéogramme n'a de sens que pour un fluide en écoulement. Or, nous avons vu que pour les plans inférieurs et supérieurs, nous avons la présence de zones solides plus étendues que pour les plans médians. C'est donc sur ces plans que nous pouvons avoir un maximum de points de mesure.

De plus, pour une suspension de Laponite à une concentration donnée, les mesures réalisées à différentes vitesses de rotation imposées sont cohérentes et complémentaires. En effet, dans la partie où on applique la loi rhéo-optique liquide (correspondant aux points où la densité de franges mesurée est supérieure à la densité de franges limite), nous avons une continuité des mesures pour les deux vitesses de rotation imposées avec une petite zone de superposition.

Par contre, nous pouvons voir sur ces rhéogrammes des zones avec de fortes variations de contraintes (qui peuvent devenir négatives). Ces points sont aberrant puisqu'ils proviennent

de l'application de la loi rhéo-optique solide à des points situés dans la zone de transition, la densité de franges pour ces points étant inférieure à la densité de franges limite. Dans cette zone, nos mesures de vitesse nous fournissent une valeur de gradient de vitesses non nulle, ce qui crée une forme d'incohérence. Nous ne pouvons pas avoir à la fois un gradient de vitesses et une suspension dans un état solide. Toutefois, une remarque intéressante peut être faite : le passage de l'application de la loi rhéo-optique solide à la loi rhéo-optique liquide se fait pour un même rayon quelle que soit la vitesse de rotation imposée (et bien que les valeurs de gradient de vitesses soient différentes). On constate alors que ce rayon limite correspond à la frontière des deux cônes solides observés sur les mesures de gradient de vitesses (Figure V.14).

Cependant, puisqu'il n'est pas logique de considérer une loi solide à partir du moment où nous avons un gradient de vitesses, nous décidons de modifier notre calcul de contrainte. Cette fois-ci, nous ne faisons pas intervenir une densité de franges limite, nous appliquons tout simplement notre loi rhéo-optique liquide dès que nous avons une valeur de gradient de vitesses non nulle. C'est ainsi que nous obtenons les nouveaux rhéogrammes pour nos deux suspensions (Figure V.21). Comme pour le cas précédent, nous avons tracé les rhéogrammes seulement pour les trois plans au centre de la cellule de cisaillement.

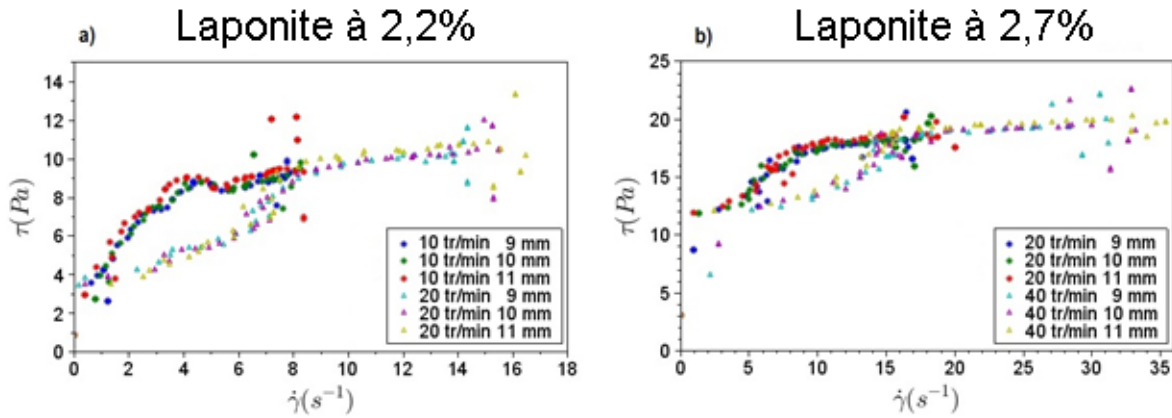


FIGURE V.21 – Rhéogramme local pour une suspension de Laponite à une concentration de a) 2,2% et b) 2,7%, pour les deux vitesses de rotation imposées et pour trois plans au centre de la cellule ( $z = 9$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 11$  mm). Les rhéogrammes sont obtenus à partir de l'application de la loi rhéo-optique liquide.

L'application de cette nouvelle loi modifie l'allure de notre rhéogramme. Nous obtenons cette fois-ci une évolution avec une forme de "S". Pour chacune des vitesses de rotation, pour les gradients les plus élevés, nous retrouvons les mêmes valeurs que précédemment (puisque nous utilisons la même loi). Par contre, pour les faibles gradients de vitesses, nous n'avons plus une chute brutale de la contrainte mais une variation progressive de celle-ci jusqu'à une valeur limite qui est légèrement inférieure à la contrainte seuil de la suspension. Or, cette évolution n'est pas non plus réellement représentative du comportement de la suspension. En effet, dans la zone centrale de notre géométrie, nous avons une suspension dans un état solide et dans la zone extérieure, elle est dans un état liquide. Or, le passage d'un état à l'autre ne se fait pas de façon nette et franche. Ceci a pour conséquence la présence d'une zone de transition tout autour des deux cônes solides dans laquelle la suspension est dans un état "mixte" avec des amas solides et des zones de fluide. Au vu de nos résultats sur les rhéogrammes, nous estimons que cette zone de transition est d'environ 1 cm. Cette distance correspond à la distance entre la frontière du

cône solide et le rayon correspondant au gradient de vitesses pour lequel nous sortons du "S" sur nos rhéogrammes.

Puisque dans la zone de transition la suspension est dans un état mixte, nous n'avons pas de moyen fiable d'y déterminer la contrainte. En effet, nous avons vu au chapitre précédent que la loi rhéo-optique, qui permet de calculer la contrainte, est fortement dépendante de l'état de la suspension (solide ou liquide). Il est alors légitime de penser qu'il doit exister une autre loi rhéo-optique correspondant au cas où la suspension ne serait ni parfaitement solide, ni parfaitement liquide mais plutôt un mélange des deux. Or, nous n'avons pas pu avoir accès à cette loi car les contraintes que nous appliquons (que ce soit en entrefer mince ou en entrefer large) s'étendaient sur une trop large gamme pour pouvoir atteindre cette zone. Par conséquent, nous étions soit dans un état solide soit dans un état liquide. Toutefois, la zone de transition doit être observable en entrefer large. Nous n'avons pas pu la voir car son épaisseur doit être très fine. Or, l'épaisseur de notre faisceau laser étant de 1 mm, elle est probablement trop importante pour avoir une discrétisation suffisante dans l'entrefer de la cellule de Couette.

Par conséquent, nous décidons de retracer nos rhéogrammes sans prendre en compte les points qui se trouvent dans la zone de transition ni ceux dans les cônes solides. Pour ce faire, nous définissons dans un premier temps le rayon limite du cône comme étant le rayon pour lequel la densité de franges est égale à la densité de franges limite définie plus haut. Ensuite, sachant que notre maillage de rayon est de 4 mm et que la zone de transition est d'environ 1 cm, nous conservons seulement les points correspondant à un rayon supérieur au rayon limite auquel nous ajoutons trois fois le pas du maillage du rayon. Enfin, nous appliquons la loi rhéo-optique liquide à ces points de mesure. C'est ainsi que nous obtenons finalement les rhéogrammes locaux pour nos deux suspensions de Laponite (Figure V.22).

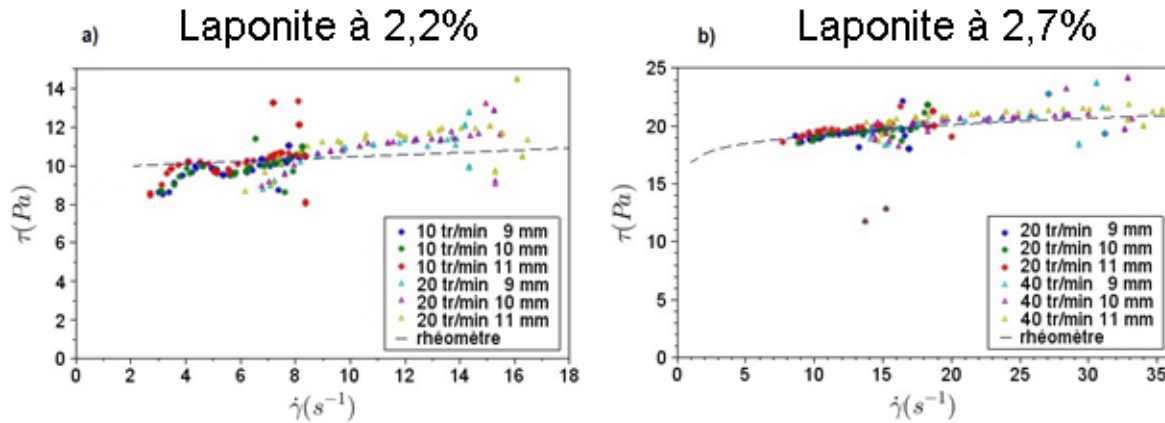


FIGURE V.22 – Rhéogramme local pour une suspension de Laponite à une concentration de a) 2,2% et b) 2,7%, pour les deux vitesses de rotation imposées et pour trois plans au centre de la cellule ( $z = 9$  mm,  $z = 10$  mm et  $z = 11$  mm). Les rhéogrammes à l'équilibre, qui sont issus de mesures classiques de rhéométrie, sont représentés par les tirets.

A titre de comparaison, nous avons tracé sur le même graphique le rhéogramme à l'équilibre obtenu classiquement avec un rhéomètre dans une géométrie à cylindres coaxiaux pour chacune des suspensions. Nous pouvons remarquer que chacune des vitesses de rotation imposées correspond à une plage de gradient de vitesses et que sur cette plage, la contrainte suit la même courbe que celle du rhéogramme à l'équilibre. De plus, nous pouvons aussi constater que la



contrainte seuil issue de notre rhéogramme local coïncide avec celle du rhéogramme à l'équilibre ainsi qu'avec celle déduite des deux lois rhéo-optiques (solide et liquide). Enfin, l'écart entre les deux rhéogrammes (à l'équilibre et local) est inférieur à 10% ce qui est tout à fait acceptable sachant qu'il n'est pas rare que pour deux échantillons d'une même suspension soumis au même protocole, un écart de 10% à 20% puisse être observé sur des rhéogrammes globaux [29]. Nous retrouvons alors le même rhéogramme que ce soit avec un rhéomètre ou en couplant les mesures de photoélasticimétrie et de PIV. Ceci est un point rassurant mais l'intérêt du couplage des deux techniques de mesure ne réside pas dans l'étude de la partie qui est fortement cisailée. Son intérêt est plutôt de pouvoir comprendre ce qui se passe dès que l'on se trouve en-dessous du seuil de la suspension. En effet, nous avons pu obtenir l'évolution de la densité de franges en fonction du rayon dans les cônes solides même si nous ne sommes pas encore capables de remonter correctement aux contraintes qui y sont associées puisque l'état d'anisotropie du matériau dans cette zone est fonction de la façon dont il s'est "figé".

## V.4 Conclusion

Dans un premier temps, nous avons utilisé la technique de PIV pour obtenir des profils de vitesses pour une huile newtonienne dans l'entrefer de la grande cellule de cisaillement. Nous avons ensuite pu déterminer l'évolution du gradient de vitesses à partir de nos mesures. Les résultats ont montré une bonne concordance entre les mesures expérimentales et la théorie pour un fluide newtonien. C'est ainsi que nous avons pu voir que la vitesse évolue linéairement en fonction du rayon et du plan de mesure jusque dans la zone de bord où elle décroît rapidement pour atteindre une valeur nulle sur les bords. En ce qui concerne le gradient de vitesses, nous avons vu qu'il est constant pour un rayon donné et qu'il augmente avec celui-ci jusqu'au bord de la cellule. Nous avons aussi pu mettre en évidence que la partie prépondérante dans le gradient de vitesses est le terme suivant l'entrefer. Ceci implique une discrétisation suffisamment fine des plans de mesure (typiquement, elle doit être au moins de 1 mm pour un entrefer de 20 mm).

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés à une solution de Milling Yellow (fluide rhéofluidifiant avec des zones à comportement newtonien aux faibles et hauts gradients de vitesses). Nous avons alors utilisé la PIV pour déterminer le gradient de vitesses dans l'entrefer de la cellule de cisaillement. Après avoir identifié quelques problèmes de mesure, dus aux propriétés de la solution qui absorbe la lumière envoyée par le laser dégradant ainsi le rapport signal/bruit et qui ensuite la diffuse entraînant une vision des particules sur différents plans en même temps, nous avons réussi à obtenir des profils de vitesses suffisamment non bruités pour permettre un calcul du gradient de vitesses. Ces résultats nous ont conduits aux mêmes conclusions que pour l'huile newtonienne. Ensuite, dans le but de construire un rhéogramme local, nous avons cherché un moyen de connaître l'évolution de la contrainte dans l'entrefer de la cellule de cisaillement. Nous avons alors utilisé une technique de photoélasticimétrie qui nous a permis, moyennant la connaissance de la loi rhéo-optique de la solution que nous avons déterminée au chapitre précédent, d'obtenir l'évolution de la contrainte. Enfin, en couplant les deux techniques de mesure, nous avons pu construire un rhéogramme local pour notre solution de Milling Yellow. En comparant ce rhéogramme avec celui issu des mesures classiques de rhéométrie, nous obtenons le même comportement. Ceci montre que le couplage des deux techniques de mesure (PIV et photoélasticimétrie) est un bon moyen d'obtenir un rhéogramme local et donc de déterminer le comportement d'un fluide à une échelle locale.

Puisque les résultats sont concluants pour un fluide au comportement rhéologique simple comme

la solution de Milling Yellow, nous avons voulu tester cette méthode pour des fluides à seuil : les suspensions de Laponite. Les mesures de PIV ont permis de calculer le gradient de vitesses dans l'entrefer de la cellule de cisaillement. Ces mesures ont mis en évidence la présence d'un double-cône solide composé d'un cône solide inférieur fixe qui est relié au plateau inférieur et un cône solide supérieur qui est entraîné en rotation par le plateau supérieur. La réalisation de différentes séries de mesures a aussi mis en évidence que la localisation de la rupture entre les deux cônes solides est parfaitement aléatoire. Ensuite, nous avons utilisé la photoélasticimétrie pour réaliser des mesures de densité de franges. Celles-ci ont montré que dans les cônes solides, la densité de franges croît linéairement avec le rayon et que dans la zone en écoulement, elle suit une loi puissance. Enfin, en appliquant les lois rhéo-optiques (solide et liquide) déterminées précédemment pour chacune de nos suspensions, nous avons pu mettre en évidence la présence d'une zone de transition entre les comportements solide et liquide des suspensions. Toutefois, pour la partie en écoulement, le couplage des deux techniques de mesure nous a permis de construire un rhéogramme local pour chacune des suspensions de Laponite étudiée. Comme nous l'avons fait pour la solution de Milling Yellow, nous avons comparé nos rhéogrammes locaux avec les rhéogrammes issus de méthodes classiques. Cette comparaison montre une bonne concordance entre les deux rhéogrammes qui est même meilleure que celle pour la solution de Milling Yellow. En effet, bien que le comportement des suspensions de Laponite soit plus complexe que celui des solutions de Milling Yellow, ces dernières ont des propriétés optiques qui compliquent la réalisation des mesures du fait de leur forte diffusion.



# Conclusion générale

Nous avons, dans un premier temps, fait un état des connaissances sur les différentes techniques employées au cours de cette thèse. Les méthodes "classiques" de rhéométrie étant insuffisantes pour décrire des comportements aussi complexes que les seuils d'écoulement ou la thixotropie, nous avons recherché des méthodes de rhéométrie locale. La nôtre a consisté à utiliser la PIV pour réaliser des mesures de vitesses, à partir desquelles nous avons calculé des vitesses de cisaillement et la photoélasticimétrie pour les mesures de contraintes. En effet, les fluides que nous souhaitions étudier (des solutions de Milling Yellow et des suspensions de Laponite) se prêtaient bien à l'utilisation de ces différentes techniques du fait de leurs propriétés optiques.

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés à la caractérisation rhéométrique de nos fluides. Nous avons alors pu mettre en évidence que la loi de comportement des solutions de Milling Yellow peut être décrite avec une loi de Cross. Par conséquent, ces fluides ont un comportement plutôt simple, ce qui a permis de valider nos mesures couplées de PIV et de photoélasticimétrie, en particulier si l'on reste sur le premier plateau newtonien. Tout d'abord, nous avons essayé d'obtenir une solution avec un comportement newtonien sur la plus grande plage de gradient de vitesses possible par l'ajout de glucose aqueux. Toutefois, ces résultats n'ont pas été concluants et nous avons préféré continuer avec une solution pure à une concentration massique de 1% en Milling Yellow. Ensuite, nous nous sommes focalisés sur les suspensions de Laponite. Nous avons cherché à déterminer l'évolution des différents paramètres rentrant en ligne de compte dans leur loi de comportement comme la viscosité apparente des suspensions, leur contrainte seuil, leur indice de rhéofluidification ainsi que leur thixotropie. Pour ce faire, nous avons préparé des suspensions à différentes concentrations pseudo-massiques allant de 1% à 2,7%. C'est ainsi que nous avons pu mettre en évidence que les suspensions faiblement concentrées ne présentent quasiment pas de seuil d'écoulement et sont très peu thixotropes. Au contraire, les suspensions plus fortement concentrées ont un comportement thixotrope bien prononcé et une contrainte seuil importante. Pour le reste de l'étude, nous nous sommes alors concentrés sur l'utilisation de deux suspensions de Laponite à des concentrations pseudo-massiques de 2,2% et 2,7%.

Dans un troisième temps, nous avons décrit nos dispositifs expérimentaux ainsi que les traitements effectués pour chacune des techniques de mesure employées (la photoélasticimétrie et la PIV). Nous avons alors pu insister sur le fait que ces deux techniques de mesure nous obligent à faire deux hypothèses : avoir un écoulement établi et un champ de contraintes ou de vitesses bidimensionnel sur l'épaisseur de la nappe laser. L'hypothèse d'écoulement établi est facilement respectée si les mesures sont réalisées après un temps d'établissement suffisamment long devant les constantes de temps des fluides étudiés. Pour donner un ordre d'idée des temps d'attente, ils sont de 30 minutes dans la géométrie de Couette et 1 heure dans la grande cellule de cisaille-

ment. En ce qui concerne la seconde hypothèse (la bidimensionnalité), elle est vérifiée dans la géométrie à cylindres coaxiaux. Par contre, elle n'est pas parfaitement satisfaite pour les mesures dans la grande cellule de cisaillement. Par conséquent, nos résultats sont entachés d'une légère erreur due au non-respect des hypothèses d'utilisation des méthodes.

Dans un quatrième temps, nous nous sommes consacrés à la détermination des lois rhéo-optiques pour nos différents fluides. En ce qui concerne les solutions de Milling Yellow, nous avons pu vérifier que la loi obtenue est bien une relation linéaire reliant la contrainte de cisaillement appliquée et la densité de franges mesurée. La photoélasticimétrie permet aussi de visualiser directement l'effet des instabilités de type Taylor-Couette. En effet, nous avons pu observer une chute de la densité de franges mesurée en présence d'instabilités dans l'écoulement, ce qui permet de positionner les tourbillons de Taylor et leur impact dans un entrefer large. Une étude plus poussée a été menée sur les suspensions de Laponite. Nous avons alors été capables de distinguer la zone fluide en écoulement et la zone solide prise en bloc dans l'entrefer de la géométrie de Couette pour différentes contraintes appliquées. En effet, la réponse optique de la suspension est fonction de son état (solide ou liquide). De plus, ces mesures ont aussi mis en évidence l'importance de la thixotropie des suspensions. En effet, les résultats sont fortement impactés par le protocole de mesure suivi, c'est-à-dire si la suspension est soumise à des contraintes successives lui permettant de se restructurer sous cisaillement ou si elle est forcée de se déstructurer par l'application d'un fort pré-cisaillement entre chaque mesure. Enfin, nous avons pu voir qu'une relaxation des contraintes est possible dans la zone en écoulement des suspensions. Au contraire, une fois qu'un état structural est piégé dans la zone solide, il ne se relaxe pas, même après un long temps de repos. Par contre, nous avons pu voir que la restructuration de la suspension au repos se fait sans réorganisation interne des éléments structuraux puisqu'il n'y a pas de modification d'anisotropie optique lors des mesures de densité de franges avant et après repos.

Dans un cinquième temps, nous avons couplé des mesures de PIV et de photoélasticimétrie dans une grande cellule de cisaillement pour une solution de Milling Yellow et pour deux suspensions de Laponite. Après avoir rencontré quelques difficultés (dus à la trop grande diffusion et absorption de la solution de Milling Yellow) lors des acquisitions et du traitement des données, nous avons pu calculer le gradient de vitesses et la contrainte dans l'entrefer de la cellule. L'obtention de ces deux grandeurs nous a permis de reconstruire un rhéogramme local pour la solution. Celui-ci est cohérent avec un rhéogramme obtenu de façon tout à fait classique. Nous avons alors pu valider le couplage de la photoélasticimétrie et de la PIV pour la compréhension du comportement à une échelle locale d'un fluide rhéofluidifiant. Ensuite, nous avons utilisé les mêmes techniques pour l'étude des suspensions de Laponite. Les mesures de vitesses ont mis en avant la présence d'un double-cône solide au centre de la cellule. Ce double-cône est composé d'un cône inférieur fixe (relié au plateau inférieur de la géométrie) et d'un cône supérieur entraîné en rotation par le plateau supérieur. En réalisant différentes séries de mesures, nous avons pu remarquer que la séparation entre les deux cônes ne se produit pas tout le temps au même endroit. Ceci est similaire à ce qui peut être obtenu pour un barreau solide soumis à un couple de torsion jusqu'à la rupture. De plus, les mesures de densité de franges nous ont permis de voir une évolution linéaire croissante en fonction du rayon dans les zones solides de la suspension et une évolution suivant une loi puissance dans la zone en écoulement. On retrouve alors ce que le comportement rhéofluidifiant à seuil du matériau pouvait laisser attendre, c'est-à-dire une relation linéaire entre la contrainte et la déformation dans la partie solide de la suspension et

une relation suivant une loi puissance dans la partie en écoulement correspondant à un comportement décrit par la loi d'Herschel-Bulkley. Enfin, le couplage des deux techniques de mesure a mis en évidence la présence d'une zone de transition solide-liquide dans l'entrefer de la grande cellule de cisaillement. Cette zone s'étend sur une épaisseur d'environ 1 cm autour des parois latérales du double-cône.

Toutefois, même si cette étude a apporté des éclaircissements sur le comportement des suspensions de Laponite, elle n'est que le début d'une longue histoire. En effet, certains points demandent à être approfondis. Tout d'abord concernant les lois rhéo-optiques des suspensions de Laponite, des essais complémentaires doivent être conduits. Leurs buts seraient alors de comprendre l'impact de la thixotropie sur les coefficients tensio-optiques des suspensions, de déterminer des temps caractéristiques pour l'établissement de la densité de franges et enfin d'obtenir des lois rhéo-optiques pour les zones de transition en plus des lois que nous avons pu définir pour les zones solide et liquide. Pour ce faire, des essais devront être réalisés en faisant varier l'intensité du pré-cisaillement et en mesurant la densité de franges pour une même contrainte. Ensuite, d'autres essais pourront être menés avec des paliers de contraintes longs et une mesure de la densité de franges au cours du temps avec un pas resserré pour avoir une bonne description de la cinétique d'établissement de la densité de franges. Enfin, pour définir la loi rhéo-optique dans la zone de transition, il serait possible de réaliser des essais en entrefer large en mesurant la densité de franges pour différents rayons et en identifiant les zones complètement en écoulement des zones immobiles sachant qu'entre les deux, une zone de transition doit exister.

Une autre piste pour la compréhension du comportement local des suspensions de Laponite serait de réaliser les mêmes mesures couplées que celles que nous avons faites dans la grande cellule de cisaillement mais cette fois-ci dans la géométrie de Couette. Ainsi, la répartition de contrainte serait connue, le gradient de vitesses pourrait être mesuré grâce à la PIV et la photoélasticimétrie apporterait des informations sur la structure interne de la suspension. Une compréhension globale à une échelle locale pourrait alors être trouvée et permettrait de compléter les connaissances sur le comportement des suspensions de Laponite.

Enfin, les dernières perspectives concernent les mesures dans la grande cellule de cisaillement. Nous avons vu, grâce aux mesures de vitesses, qu'un double-cône solide se forme. Il serait intéressant de suivre sa formation au cours du temps. Pour ce faire, il suffirait de réaliser des mesures de vitesses à différents instants rapprochés au début du palier de cisaillement. Deux possibilités d'un point de vue technique sont alors envisageables. La première consiste à avoir recours à la tomographie PIV 3D qui permettrait de suivre l'évolution du double-cône sur toute la hauteur de l'entrefer. Il faut toutefois se restreindre à la zone centrale pour éviter d'avoir de trop forts gradients de vitesses. La seconde possibilité consiste à réaliser des mesures de PIV (comme ce que nous avons pu faire) pour deux ou trois plans différents en simultané. Ceci complique certes le montage, mais cela reste possible à la condition d'utiliser des lasers avec des longueurs d'onde différentes qui puissent être filtrées pour qu'une caméra soit associée à un laser. Nous avons aussi pu remarquer que nous avons eu des difficultés à remonter aux contraintes dans les zones solides à cause de la différence d'histoire entre l'instant de la mesure et le moment de la détermination des lois rhéo-optiques. Une solution qui peut être envisagée serait de réaliser, dans la grande cellule de cisaillement, des essais en oscillation nous permettant de rester en petites déformations. Dans ce cas, nous aurions une suspension dans un état solide qui ne se déstructurerait pas suffisamment pour atteindre un état liquide dans la partie centrale

qui resterait cylindrique (il n'y aurait pas de rupture).

Pour finir, la même étude pourrait être menée avec un fluide à seuil "simple" (sans thixotropie) comme un gel de Carbopol, peut-être même mélangé à une solution de Milling Yellow pour avoir des propriétés de biréfringence. Ce principe peut alors être généralisé à différents matériaux transparents et à d'autres géométries d'écoulement.

# Annexes

Nous regroupons dans les annexes toutes les données qui peuvent être utiles au lecteur pour refaire des expériences similaires à celles effectuées lors de cette thèse (préparation des suspensions de Laponite ou réglage pour les mesures de PIV dans la grande cellule de cisaillement). Nous ajoutons aussi une annexe où tous les symboles et les notations utilisés dans ce manuscrit sont donnés avec leur unité (s'il y en a) et leur définition.



## A.1 Notations et symboles

Nous regroupons dans cette annexe toutes les notations qui sont utilisées dans ce manuscrit avec les symboles, les unités et les définitions.

Symbole	Unité	Définition
$\tau$	(Pa)	Contrainte
$\tau_s$	(Pa)	Contrainte seuil
$\tau_{s80}, \tau_{s500}, \tau_{s1000}$	(Pa)	Contrainte seuil pour les suspensions de Laponite après un précisaillement à $80 \text{ s}^{-1}$ , $500 \text{ s}^{-1}$ ou $1000 \text{ s}^{-1}$
$\tau_{1/2}$	(Pa)	Contrainte pour laquelle $\eta = \eta_0/2$ dans le modèle d'Ellis
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$	(Pa)	Contraintes normales
$\underline{\underline{\Sigma}}$	(Pa)	Tenseur total des contraintes
$\dot{\gamma}$	( $\text{s}^{-1}$ )	Gradient de vitesses
$\eta$	(Pa.s)	Viscosité
$\eta_0$	(Pa.s)	Viscosité aux faibles gradients de vitesses
$\eta_\infty$	(Pa.s)	Viscosité aux gradients de vitesses élevés
$\eta_c$	(Pa.s)	Viscosité dynamique critique pour l'apparition d'instabilités de type Taylor-Couette
$\eta_{80}, \eta_{500}, \eta_{1000}$	(Pa.s)	Viscosité pour les suspensions de Laponite après un précisaillement à $80 \text{ s}^{-1}$ , $500 \text{ s}^{-1}$ ou $1000 \text{ s}^{-1}$
$\rho$	( $\text{kg.m}^{-3}$ )	Masse volumique
$\beta$	(s)	Temps caractéristique
$\epsilon$	(/)	Écart par rapport au comportement newtonien dans le modèle d'Ellis
$\Omega$	( $\text{tr.min}^{-1}$ )	Vitesse de rotation
$\varphi$	(rad)	Paramètre isochrome (phase)
$\alpha$	(rad)	Paramètre isocline
$\theta$	(rad)	Déphasage
$\lambda$	(nm)	Longueur d'onde de la source lumineuse
$\varepsilon_r$	(%)	Écart relatif entre deux séries de mesure
$a$	(/)	Transition entre le premier plateau newtonien et la zone en loi puissance de la loi de Carreau-Yasuda
$A_{80}, A_{500}, A_{1000}$	( $\text{Pa.s}^{-1}$ )	Aire entre la courbe de montée et de descente pour les suspensions de Laponite après un précisaillement à $80 \text{ s}^{-1}$ , $500 \text{ s}^{-1}$ ou $1000 \text{ s}^{-1}$
$n$	(/)	Indice de viscosité
$K$	( $\text{Pa.s}^n$ )	Consistance
$M$	(N.m)	Couple appliqué

Symbole	Unité	Définition
$H$	(m)	Hauteur du cylindre intérieur
$H_r$	(m)	Hauteur réelle
$H_m$	(m)	Hauteur mesurée
$R_{int}$	(m)	Rayon intérieur
$R_{ext}$	(m)	Rayon extérieur
$R$	(m)	Rayon du plateau
$R_0$	(m)	Rayon moyen de l'entrefer cisailé de la cellule de Couette
$z$	(m)	Position dans l'entrefer de la grande cellule de cisaillement
$h$	(m)	Taille de l'entrefer de la grande cellule de cisaillement
$G$	(mm.pixel <sup>-1</sup> )	Facteur de grandissement
$Re$	(/)	Nombre de Reynolds
$T_a$	(/)	Nombre de Taylor
$\underline{\underline{D}}$	(s <sup>-1</sup> )	Tenseur des déformations
$\underline{\underline{T}}$	(Pa)	Déviateur des contraintes
$\underline{\underline{I}}$	(/)	Tenseur identité
$p$	(Pa)	Pression hydrostatique
$N_1, N_2$	(Pa)	Première et seconde différences de contraintes normales
$\vec{V}$	(m.s <sup>-1</sup> )	Vitesse
$t$	(s)	Temps mis par une particule pour parcourir la distance $d$
$\Delta t$	(s)	Délai entre les impulsions laser
$f$	(Hz)	Fréquence d'acquisition
$N$	(/)	Nombre de doublets d'images
$\vec{d}$	(m)	Distance parcourue par une particule
$e$	(m)	Épaisseur de matériau traversé par la source lumineuse
$\vec{E}$	(V.m <sup>-1</sup> )	Champ électrique
$\vec{B}$	(T)	Champ magnétique
$I$	(niveau de gris)	Intensité lumineuse diffusée
$I_0$	(niveau de gris)	Amplitude des franges
$n_1, n_2$	(/)	Indices de réfraction de la lumière suivant les axes principaux du matériau
$C$	(Br)	Coefficient tensio-optique



---

Symbole	Unité	Définition
$C_S, C_L$	(Br)	Coefficient tensio-optique solide (indice "S"), coefficient tensio-optique liquide (indice "L")
$k$	(fr)	Ordre de franges
$k/e$	(fr.mm <sup>-1</sup> )	Densité de franges



## A.2 Expression du gradient de vitesses dans une géométrie plan-plan

Nous savons que le gradient de vitesses est défini par :

$$\dot{\gamma}(r, z) = \sqrt{2tr(\underline{\underline{D}}^2)}$$

Il faut calculer le tenseur des déformations ( $\underline{\underline{D}}$ ) dans le cas d'un écoulement entre deux plans parallèles, ce qui impose un vecteur vitesse de la forme (en coordonnées cylindriques) :

$$\vec{V} = \begin{pmatrix} 0 \\ u_\theta \\ 0 \end{pmatrix}$$

Sachant que la composante  $u_\theta$  ne dépend pas de  $\theta$  du fait de la symétrie de l'écoulement, on obtient pour le tenseur des déformations ( $\underline{\underline{D}} = \frac{1}{2}\underline{\underline{grad}}\vec{V} + \frac{1}{2}\underline{\underline{grad}}^T\vec{V}$ ) :

$$\underline{\underline{D}} = \begin{pmatrix} 0 & -\frac{1}{2}\frac{u_\theta}{r} & 0 \\ \frac{1}{2}\frac{\partial u_\theta}{\partial r} & 0 & \frac{1}{2}\frac{\partial u_\theta}{\partial z} \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & \frac{1}{2}\frac{\partial u_\theta}{\partial r} & 0 \\ -\frac{1}{2}\frac{u_\theta}{r} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{2}\frac{\partial u_\theta}{\partial z} & 0 \end{pmatrix}$$

$$\underline{\underline{D}} = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 0 & \frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r} & 0 \\ \frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r} & 0 & \frac{\partial u_\theta}{\partial z} \\ 0 & \frac{\partial u_\theta}{\partial z} & 0 \end{pmatrix}$$

Pour déterminer le gradient de vitesses, il faut calculer le carré de ce tenseur, ce qui donne :

$$\underline{\underline{D}}^2 = \frac{1}{4} \begin{pmatrix} \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r}\right)^2 & 0 & \frac{\partial u_\theta}{\partial z} \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r}\right) \\ 0 & \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r}\right)^2 + \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial z}\right)^2 & 0 \\ \frac{\partial u_\theta}{\partial z} \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r}\right) & 0 & \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial z}\right)^2 \end{pmatrix}$$

La trace de ce tenseur est alors :

$$tr(\underline{\underline{D}}^2) = \frac{1}{4} \left[ \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r}\right)^2 + \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r}\right)^2 + \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial z}\right)^2 + \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial z}\right)^2 \right]$$

$$= \frac{1}{2} \left[ \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r}\right)^2 + \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial z}\right)^2 \right]$$

On obtient ainsi le gradient de vitesses dans le cas d'un écoulement entre deux plans parallèles.

$$\dot{\gamma}(r, z) = \sqrt{\left(\frac{\partial u_{\theta}}{\partial r} - \frac{u_{\theta}}{r}\right)^2 + \left(\frac{\partial u_{\theta}}{\partial z}\right)^2}$$

### A.3 Préparations des suspensions de Laponite

Dans chacun de ces tableaux, les différentes préparations de Laponite qui ont été réalisées au cours de cette thèse sont regroupées avec les différentes valeurs de pH. Le fait qu'il y ait plusieurs valeurs est dû à la quantité totale de suspension fabriquée qui est trop importante et qui doit être préparée en cinq fois et stockée dans cinq bidons différents.

Concentration pseudo-massique	Quantité	Masse d'eau (g)	Masse de Laponite (g)	pH
1,5%	5 * 1 L	1000	15	10,42 10,43 10,38 10,40 10,47
2,2%	5 * 1 L	1000	22	10,31 10,29 10,30 10,31 10,29
2,7%	5 * 1 L	1000	27	10,24 10,26 10,23 10,24 10,23

TABLE A.2 – Préparation du 24 février 2012.

Concentration pseudo-massique	Quantité	Masse d'eau (g)	Masse de Laponite (g)	pH
1,5%	5 * 1 L	1000	15	10,48 10,24 10,37 10,39 10,42
2,2%	5 * 1 L	1000	22	10,35 10,38 10,28 10,35 10,37
2,7%	5 * 1 L	1000	27	10,31 10,35 10,34 10,27 10,36

TABLE A.3 – Préparation du 6 avril 2012.

Le pH est alors relevé dans chacun des bidons à la fin de la préparation. Pour les mesures dans la grande cellule de cisaillement qui nécessite une quantité importante de suspension, nous mé-

Concentration pseudo-massique	Quantité	Masse d'eau (g)	Masse de Laponite (g)	pH
1,5%	5 * 1 L	1000	15	10,48 10,49 10,34 10,49 10,52
2,2%	5 * 1 L	1000	22	10,47 10,48 10,51 10,48 10,47
2,7%	5 * 1 L	1000	27	10,41 10,40 10,40 10,41 10,42

TABLE A.4 – Préparation du 10 mai 2012.

langeons les suspensions de différents bidons (préparées à la même date) avec un homogénéiseur ULTRA TURRAX T25 pendant 15 minutes à 11 000 tr/min.

Concentration pseudo-massique	pH le 27/02/12	pH le 02/03/12	pH le 09/03/12	pH le 16/03/12	pH le 30/03/12
1%	10,36	10,30	10,34	10,30	10,30
1,5%	10,33	10,28	10,29	10,28	10,30
2%	10,28	10,21	10,22	10,18	10,19
2,2%	10,23	10,22	10,25	10,20	10,21
2,5%	10,21	10,21	10,22	10,19	10,20
2,7%	10,24	10,20	10,21	10,18	10,20

TABLE A.5 – Suivi de l'évolution du pH pour des préparations effectuées le 27 février 2012.

Pour une série de préparations, nous avons effectué un suivi du pH pendant le premier mois de maturation. Ces mesures nous permettent de constater que le pH diminue légèrement pendant la première semaine. Ensuite, les valeurs relevées ont toutes subies une légère hausse la semaine suivante avant de diminuer à nouveau pour se stabiliser à la valeur indiquée après un mois de maturation.

## A.4 Facteurs de grandissement pour la calibration de la PIV dans la grande cellule de cisaillement

Nous regroupons dans ce tableau des facteurs de grandissement pour la calibration de la PIV dans la grande cellule de cisaillement, pour une suspension de Laponite à une concentration pseudo-massique de 2,7%.

Plan (mm)	facX (mm/pixel)	offX (mm)	facY (mm/pixel)	offY (mm)
0,5	0,0972121	-170,935	-0,0972121	108,666
1	0,0974832	-170,051	-0,0974832	102,152
1,5	0,094876	-170,084	-0,0974876	102,072
2	0,0972693	-168,592	-0,0972693	105,465
2,5	0,0973376	-168,468	-0,0973376	101,251
3	0,0973077	-165,735	-0,0973077	104,713
3,5	0,0972298	-166,678	-0,0972298	100,63
4	0,0972657	-166,544	-0,0972657	104,537
4,5	0,0972692	-166,742	-0,0972692	100,896
5	0,096974	-167,327	-0,096974	104,368
5,5	0,0972899	-167,162	-0,0972899	100,605
6	0,0971861	-165,993	-0,0971861	104,655
6,5	0,0971435	-165,788	-0,0971435	104,715
7	0,0972464	-166,904	-0,0972464	100,619
7,5	0,0972414	-166,505	-0,0972414	100,935
8	0,0970924	-165,579	-0,0970924	104,918
8,5	0,0970693	-166,546	-0,0970693	104,566
9	0,0971479	-166,422	-0,0971479	100,766
9,5	0,0971266	-166,144	-0,0971266	100,836
10	0,0970833	-166,475	-0,0970833	100,983
10,5	0,0970297	-165,786	-0,0970297	104,984
11	0,0970863	-166,687	-0,0970863	101,074
11,5	0,0971666	-167,983	-0,0971666	100,4
12	0,0971269	-167,647	-0,0971269	100,49
12,5	0,0970272	-165,992	-0,0970272	100,955
13	0,0969652	-165,859	-0,0969652	104,755
13,5	0,0967098	-169,885	-0,0967098	108,233
14	0,0970507	-166,462	-0,0970507	101,085
14,5	0,0970138	-165,991	-0,0970138	100,903



Plan (mm)	facX (mm/pixel)	offX (mm)	facY (mm/pixel)	offY (mm)
15	0,0969584	-166,615	-0,0969584	101,125
15,5	0,0969724	-166,261	-0,0969724	101,041
16	0,096676	-165,982	-0,096676	104,684
16,5	0,0968391	-166,21	-0,0968391	105,225
17	0,0967249	-165,804	-0,0967249	105,15
17,5	0,0967725	-166,003	-0,0967725	105,209
18	0,0968097	-165,525	-0,0968097	105,107
18,5	0,0968316	-165,05	-0,0968316	104,927
19	0,0968123	-166,139	-0,0968123	105,26
19,5	0,0967829	-165,874	-0,0967829	105,207

Il y a quatre paramètres :

- **facX** qui est le facteur multiplicateur suivant l'axe horizontal,
- **offX** qui correspond à une position "0" suivant l'axe horizontal et dépend du choix du point que l'on prend au moment de la calibration (voir le détail Chapitre III),
- **facY** qui est le facteur multiplicateur suivant l'axe vertical (qui est l'opposé de **facX**),
- **offY** qui correspond à une position "0" suivant l'axe vertical.

## A.5 Valeurs des délais laser pour les mesures de PIV dans la grande cellule de cisaillement

Nous regroupons dans ce tableau des valeurs de délais laser pour les mesures de PIV dans la grande cellule de cisaillement pour deux suspensions de Laponite, une à une concentration pseudo-massique de 2,2% et l'autre à 2,7%. Nous rapportons les valeurs pour deux vitesses de rotation pour chaque suspension, une vitesse étant commune aux deux suspensions.

Plan (mm)	Concentration à 2,2%		Concentration à 2,7%	
	10 tr/min	20 tr/min	20 tr/min	40 tr/min
0,5	2 Hz	65 000 $\mu s$	65 000 $\mu s$	65 000 $\mu s$
1	3 Hz	65 000	65 000	55 000
1,5	4 Hz	62 500	65 000	50 000
2	5 Hz	60 000	65 000	45 000
2,5	6 Hz	57 500	62 187	42 750
3	7 Hz	55 000	59 375	40 500
3,5	8 Hz	52 500	56 562	38 250
4	9 Hz	50 000	53 750	36 000
4,5	10 Hz	47 500	50 937	33 750
5	11 Hz	45 000	48 125	31 500
5,5	12 Hz	42 500	45 312	29 250
6	65 000 $\mu s$	40 000	42 500	27 000
6,5	61 875	37 500	39 687	24 750
7	58 750	35 000	36 875	22 500
7,5	55 625	32 500	34 062	20 250
8	52 500	30 000	31 250	18 000
8,5	49 375	27 500	28 437	15 750
9	46 250	25 000	25 625	13 500
9,5	43 125	22 500	22 812	11 250
10	40 000	20 000	20 000	9 000
10,5	38 625	19 375	19 375	8 750
11	37 250	18 750	18 750	8 500
11,5	35 875	18 125	18 125	8 250
12	34 500	17 500	17 500	8 000
12,5	33 125	16 875	16 875	7 750
13	31 750	16 250	16 250	7 500
13,5	30 375	15 625	15 625	7 250
14	29 000	15 000	15 000	7 000

Plan (mm)	Concentration à 2,2%		Concentration à 2,7%	
	10 tr/min	20 tr/min	20 tr/min	40 tr/min
14,5	27 625	14 375	14 375	6 750
15	26 250	13 750	13 750	6 500
15,5	24 875	13 125	13 125	6 250
16	23 500	12 500	12 500	6 000
16,5	22 125	11 875	11 875	5 750
17	20 750	11 250	11 250	5 500
17,5	19 375	10 625	10 625	5 250
18	18 000	10 000	10 000	5 000
18,5	16 625	9 375	9 375	4 750
19	15 250	8 750	8 750	4 500
19,5	13 875	8 125	8 125	4 250

Pour la suspension à une concentration pseudo-massique de 2,2%, les mesures pour les 11 premiers plans (de  $z = 0,5$  mm à  $z = 5,5$  mm) ne sont pas faites en prenant des doublets d'images. En effet, les délais qui seraient nécessaires pour les doublets sont supérieurs à ce qu'il est possible d'avoir. C'est pourquoi des images seules sont prises à une fréquence donnée dans le tableau. Cela ne modifie pas le traitement des données, il y a seulement une étape préliminaire supplémentaire. Étant donné que le traitement s'effectue sur des doublets d'images, les images qui sont prises pour ces plans doivent être associées deux à deux pour former des doublets. Ensuite, le traitement peut être fait comme ce qui est décrit dans le manuscrit (Chapitre III).

## A.6 Schémas pour le calcul du gradient de vitesses en géométrie plan-plan

Nous avons testé cinq schémas pour calculer le gradient de vitesses dans la grande cellule de cisaillement. Nous montrons, dans cette annexe, les résultats de ces tests pour une solution de Milling Yellow avec une vitesse de rotation du plateau supérieur de 1 tr/min.

Nous commençons par un schéma simple d'ordre 1 où nous prenons des différences centrées pour déterminer nos dérivées de vitesses. La formule utilisée est la suivante :

$$\dot{\gamma}(r_i, z_j) = \sqrt{\left(\frac{V_{i+1} - V_{i-1}}{r_{i+1} - r_{i-1}} - \frac{V_i}{r_i}\right)^2 + \left(\frac{V_{j+1} - V_{j-1}}{z_{j+1} - z_{j-1}}\right)^2}$$

Nous traçons alors l'évolution de chacun des termes composant le gradient de vitesses ainsi que le gradient de vitesses en fonction du plan de mesure et du rayon.

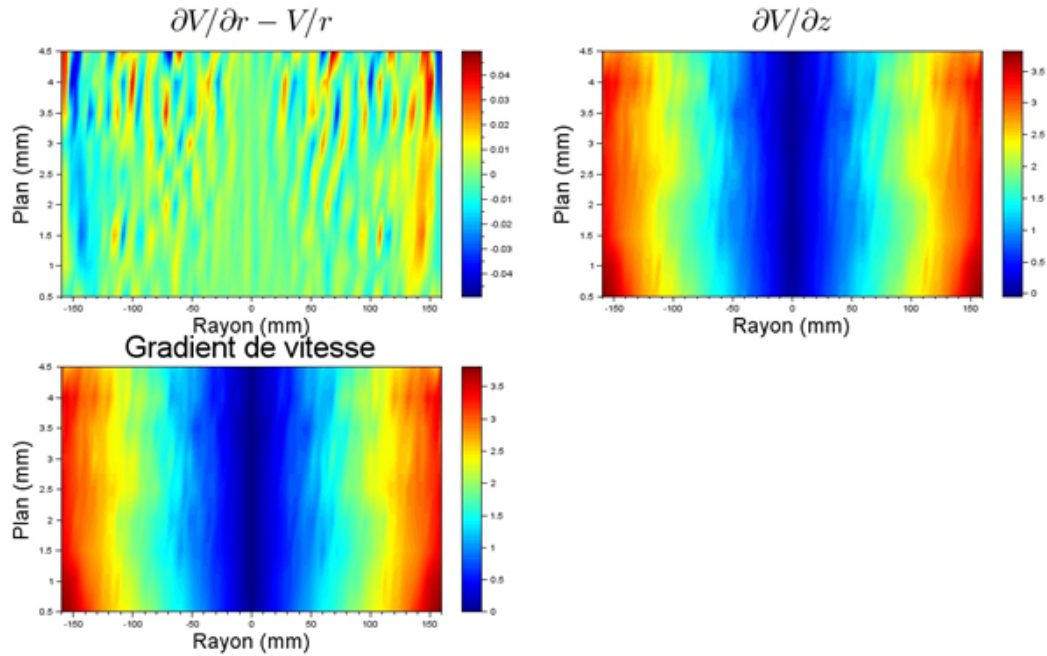


FIGURE A.1 – Évolution du gradient de vitesses radial, du gradient de vitesses suivant l'entrefer et du gradient de vitesses "total" en fonction du plan de mesure et du rayon pour une solution de Milling Yellow à une vitesse de rotation de 1 tr/min. Le gradient est calculé en utilisant un schéma aux différences centrées d'ordre 1.

Ensuite, nous choisissons un autre schéma d'ordre 1. Il correspond à des différences décentrées à gauche dont la formule est la suivante :

$$\dot{\gamma}(r_i, z_j) = \sqrt{\left(\frac{V_i - V_{i-1}}{r_i - r_{i-1}} - \frac{V_i}{r_i}\right)^2 + \left(\frac{V_j - V_{j-1}}{z_j - z_{j-1}}\right)^2}$$

Comme précédemment, nous traçons l'évolution des composants du gradient de vitesses en plus

de celui-ci et nous ajoutons aussi l'évolution de l'écart relatif avec le schéma aux différences centrées. Cet écart est représenté en pourcentage en fonction du plan de mesure et du rayon.

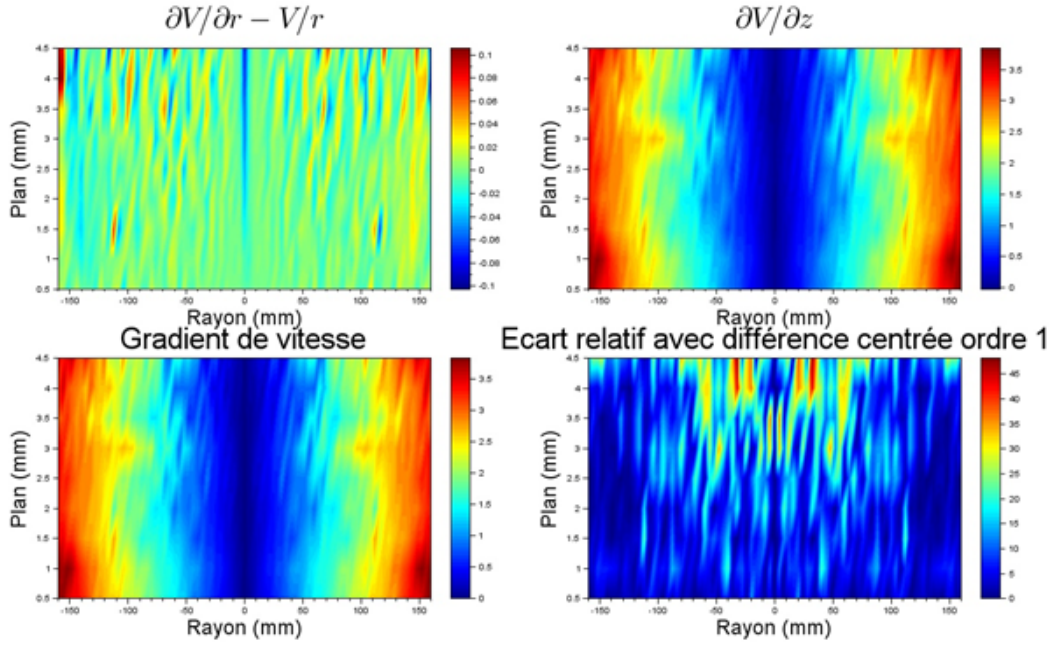


FIGURE A.2 – Évolution du gradient de vitesses radial, du gradient de vitesses suivant l'entrefer et du gradient de vitesses "total" et de l'écart relatif avec le schéma aux différences centrées d'ordre 1 en fonction du plan de mesure et du rayon pour une solution de Milling Yellow à une vitesse de rotation de 1 tr/min. Le gradient est calculé en utilisant un schéma aux différences décentrées à gauche d'ordre 1.

Puis, nous faisons la même chose pour un schéma aux différences décentrées à droite dont la formule est la suivante :

$$\dot{\gamma}(r_i, z_j) = \sqrt{\left(\frac{V_{i+1} - V_i}{r_{i+1} - r_i} - \frac{V_i}{r_i}\right)^2 + \left(\frac{V_{j+1} - V_j}{z_{j+1} - z_j}\right)^2}$$

Là encore, nous traçons les différents composants du gradient de vitesses ainsi que l'écart relatif avec le schéma d'ordre 1 aux différences centrées.

Le dernier schéma d'ordre 1 correspond en fait à la moyenne des deux schémas précédents. La formule utilisée pour calculer le gradient de vitesses est alors :

$$\dot{\gamma}(r_i, z_j) = \sqrt{\frac{1}{2} \left[ \left(\frac{V_{i+1} - V_i}{r_{i+1} - r_i} - \frac{V_i}{r_i}\right)^2 + \left(\frac{V_i - V_{i-1}}{r_i - r_{i-1}} - \frac{V_i}{r_i}\right)^2 \right] + \frac{1}{2} \left[ \left(\frac{V_{j+1} - V_j}{z_{j+1} - z_j}\right)^2 + \left(\frac{V_j - V_{j-1}}{z_j - z_{j-1}}\right)^2 \right]}$$

Pour ce schéma aussi nous représentons l'évolution du gradient de vitesses et de l'écart relatif en fonction du plan de mesure et du rayon.

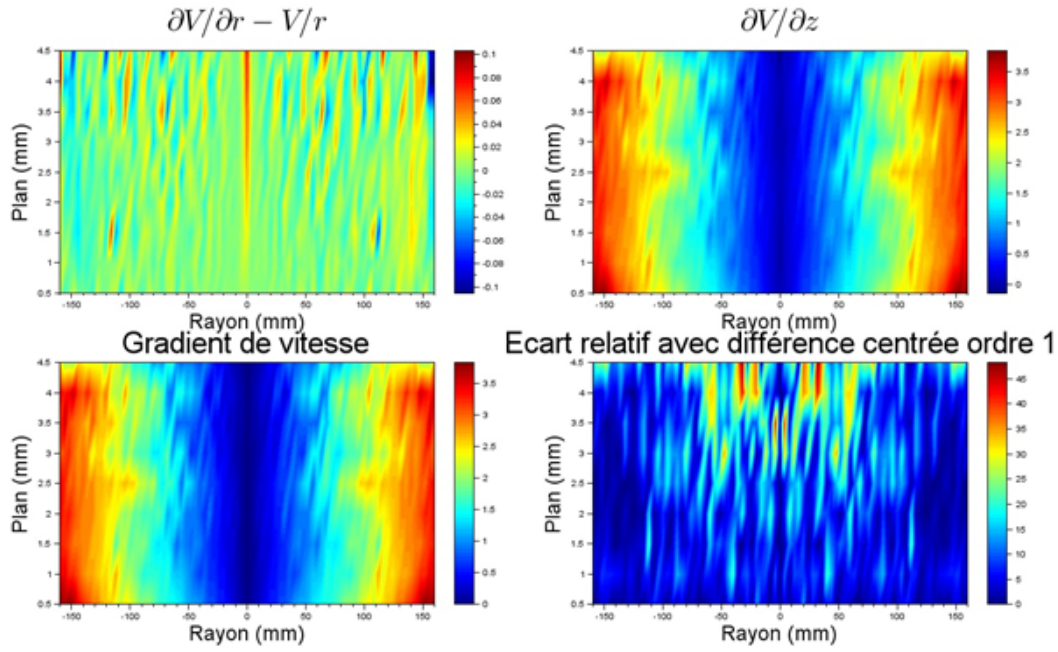


FIGURE A.3 – Évolution du gradient de vitesses radial, du gradient de vitesses suivant l'entrefer et du gradient de vitesses "total" et de l'écart relatif avec le schéma aux différences centrées d'ordre 1 en fonction du plan de mesure et du rayon pour une solution de Milling Yellow à une vitesse de rotation de 1 tr/min. Le gradient est calculé en utilisant un schéma aux différences décentrées à droite d'ordre 1.

Enfin, nous testons un schéma aux différences centrées d'ordre 2. La formule utilisée est :

$$\begin{aligned}\dot{\gamma}(r_i, z_j) &= \sqrt{A + B} \\ A &= \left[ \frac{V_{i+1} - V_{i-1}}{r_{i+1} - r_{i-1}} - \frac{r_{i+1} - r_{i-1}}{2} \left( \frac{V_{i+2} - V_i}{r_{i+2} - r_i} - \frac{V_i - V_{i-2}}{r_i - r_{i-2}} \right) - \frac{V_i}{r_i} \right]^2 \\ B &= \left[ \frac{V_{j+1} - V_{j-1}}{z_{j+1} - z_{j-1}} - \frac{z_{j+1} - z_{j-1}}{2} \left( \frac{V_{j+2} - V_j}{z_{j+2} - z_j} - \frac{V_j - V_{j-2}}{z_j - z_{j-2}} \right) \right]^2\end{aligned}$$

Comme pour tous les autres calculs, nous traçons l'évolution des différents termes composant le gradient de vitesses, le gradient de vitesses et l'écart relatif avec le schéma d'ordre 1 aux différences centrées.

Nous constatons alors que quel que soit le schéma choisi, le résultat pour le gradient de vitesses est le même. Le terme suivant le rayon est toujours négligeable devant celui suivant l'entrefer. De plus, les écarts entre les différents schémas et le schéma aux différences centrées d'ordre 1 sont très faibles. Par conséquent, il n'est pas nécessaire de monter à un ordre 2 pour le calcul du gradient de vitesses et le schéma aux différences centrées convient parfaitement à notre problème.



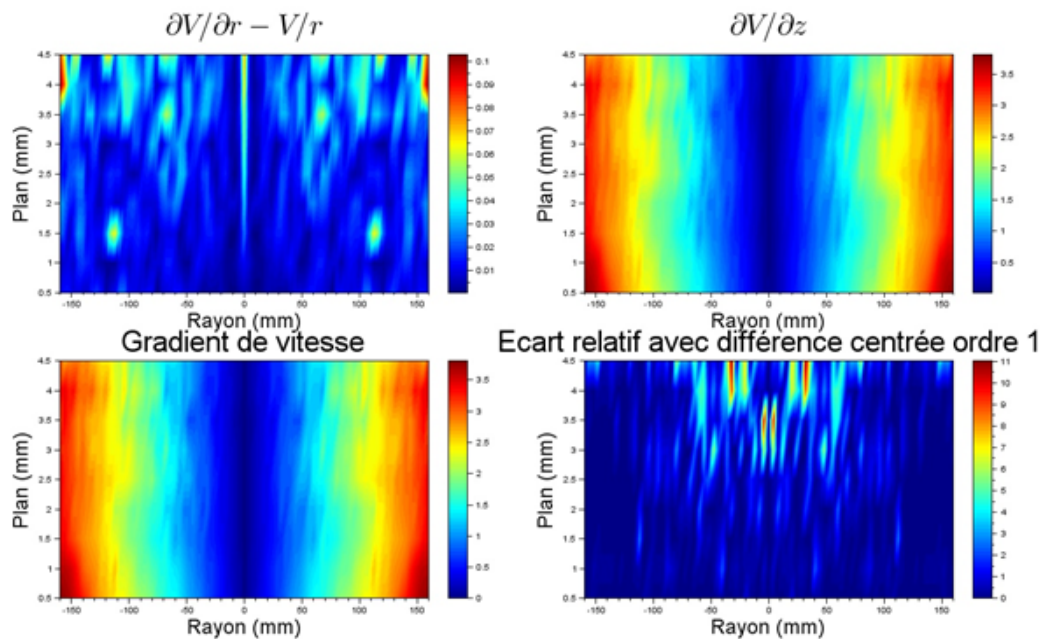


FIGURE A.4 – Évolution du gradient de vitesses radial, du gradient de vitesses suivant l'entrefer et du gradient de vitesses "total" et de l'écart relatif avec le schéma aux différences centrées d'ordre 1 en fonction du plan de mesure et du rayon pour une solution de Milling Yellow à une vitesse de rotation de 1 tr/min. Le gradient est calculé en utilisant un schéma de moyenne entre les différences décentrées à gauche et à droite d'ordre 1.

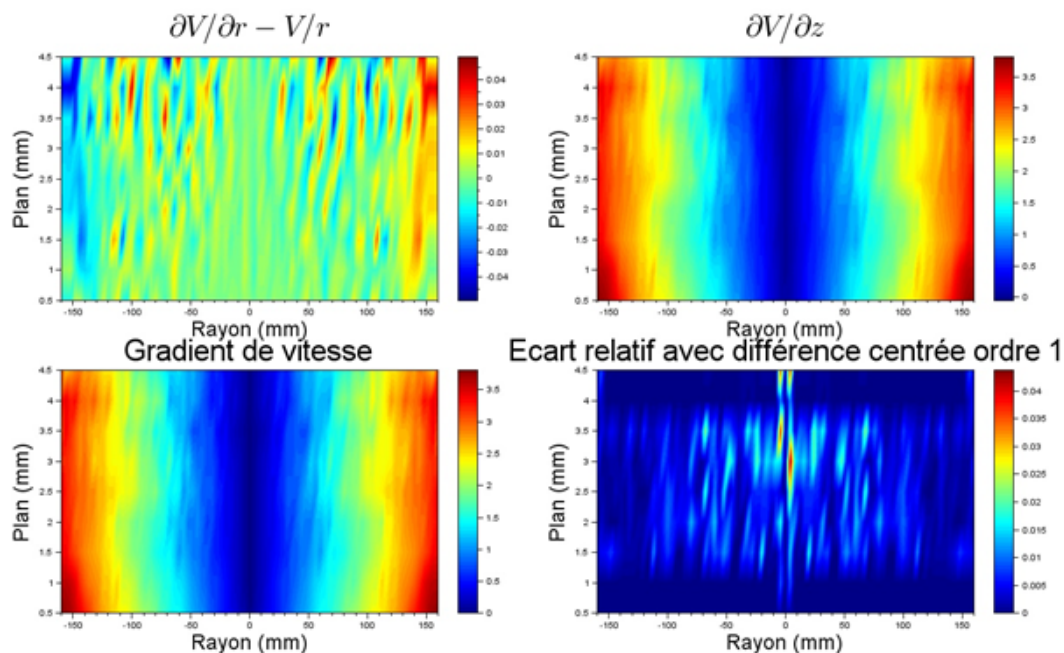


FIGURE A.5 – Évolution du gradient de vitesses radial, du gradient de vitesses suivant l'entrefer et du gradient de vitesses "total" et de l'écart relatif avec le schéma aux différences centrées d'ordre 2 en fonction du plan de mesure et du rayon pour une solution de Milling Yellow à une vitesse de rotation de 1 tr/min. Le gradient est calculé en utilisant un schéma aux différences centrées d'ordre 2.

# Références bibliographiques

- [1] B. Abou, D. Bonn, and J. Meunier. Aging dynamics in a colloidal glass. *Physical Review E*, 64, 2001.
- [2] K. Ben Azouz Ahmed. *Relations entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des solutions de polymères*. PhD thesis, Université de Haute Alsace, 2010.
- [3] B. Alibenyahia, C. Lemaitre, C. Nouar, and N. Ait-Messaoudene. Revisiting the stability of circular couette flow of shear-thinning fluids. *Journal of non-Newtonian Fluid Mechanics*, 183-184 :37–51, 2012.
- [4] R.G. Avery and J.D.F. Ramsay. Colloidal properties of synthetic hectorite clay dispersions. 2 light and small angle neutron scattering. *Journal of Colloid and Interface Science*, 109(2), 1986.
- [5] H.A. Barnes. Thixotropy - a review. *Journal of non-Newtonian Fluid Mechanics*, 70 :1–33, 1997.
- [6] Q. Barral. *Superposition d'écoulements orthogonaux dans des fluides complexes : Mise en place d'une expérience, application aux suspensions et aux fluides à seuil*. PhD thesis, Université Paris-Est, 2011.
- [7] J.C. Baudez, S. Rodts, X. Chateau, and P. Coussot. A new technique for reconstructing instantaneous velocity profiles from viscometric tests - application to pasty materials. *Journal of Rheology*, 48, 2004.
- [8] G. Benbelkacem. *Viscoélasticités et écoulements de fluides structurés*. PhD thesis, Université de Nancy, 2009.
- [9] A.K. Bhowmik. On photoelastic stress measurements in optically absorbing medium. *Optics Communications*, 210 :165–172, 2002.
- [10] P. Butler. Shear induced structures and transformations in complex fluids. *Current Opinion in Colloid Interface*, 4 :214–221, 1999.
- [11] S. Chandrasekhar. *Hydrodynamic and hygromagnetic stability*. Dover Publication, 1961.
- [12] D.-H. Cheng and F. Evans. Phenomenological characterization of the rheological behaviour of inelastic reversible thixotropic and antithixotropic fluids. *Britannic Journal of Chemical Physics*, 16, 1965.
- [13] P. Corvisier. *Écoulement de fluides thixotropes dans des conduites droites ou présentant des singularités*. PhD thesis, Université Henri Poincaré Nancy 1, 2001.
- [14] P. Coussot. *Rhéologie des boues et laves torrentielles. Etude de dispersions et suspensions concentrées*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1992.



- [15] P. Coussot, Q. Nguyen, H. Huynh, and D. Bonn. Viscosity bifurcation in thixotropic yielding fluids. *Journal of Rheology*, 46 :573–589, 2002.
- [16] K. Creath. Phase-shifting speckle interferometry. *Proceeding of SPIE*, 556 :337–346, 1985.
- [17] O. Crumeyrolle, N. Latrache, A. Ezersky, and I. Mutabazi. Modes d’instabilités observés dans un écoulement de couette-taylor viscoélastique. *Mécanique et Industries*, 4 :397–409, 2003.
- [18] H.Z. Cummins. Liquid, glass, gel : The phases of colloidal laponite. *Journal of non-Crystalline Solids*, 353 :3891–3905, 2007.
- [19] Groupe Français de Rhéologie. *Dictionnaire de rhéologie*. GFR Editions, 1990.
- [20] J.P. Decruppe, R. Hocquart, T. Wydro, and R. Cressely. Flow birefringence study at the transition from a laminar to taylor vortex flow. *Journal of Physics*, 50 :3371–3394, 1989.
- [21] J.P. Decruppe and A. Ponton. Flow birefringence, stress optical rule and rheology of four micellar solutions with the same low shear viscosity. *European Physical Journal E*, 10 :201–207, 2003.
- [22] G. Degré, P. Joseph, P. Tabeling, S. Lerouge, M. Cloitre, and A. Ajdari. Rheology of complex fluids by particle image velocimetry in microchannels. *Applied Physics Letters*, 89, 2006.
- [23] C.J. Dimitriou, L. Casanellas, and T.J. Ober. Rheo-piv of a shear-banding wormlike micellar solution under large amplitude oscillatory shear. *Rheologica Acta*, 51 :395–411, 2012.
- [24] H.S. Dou, B.C. Khoo, and K.S. Yeo. Instability of taylor-couette flow between concentric rotating cylinders. *International Journal of Thermal Sciences*, 47 :1422–1435, 2008.
- [25] J.-C. Dupré, V. Valle, S. Jarny, and P. Monnet. Fringe analysis by phase shifting technique for birefringent fluid studies. *Optics and Lasers in Engineering*, 48 :37–42, 2010.
- [26] A. Fall. *Rhéophysique des fluides complexes : Ecoulement et blocage de suspensions concentrées*. PhD thesis, Université Paris 7, 2008.
- [27] G.G. Fuller. Optical rheometry of complex fluid interfaces. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 2 :153–157, 1997.
- [28] D. Funfschilling and H.Z. Li. Flow of non-newtonian fluids around bubbles : Piv measurements and birefringence visualisation. *Chemical Engineering Science*, 56 :1137–1141, 2000.
- [29] F. Gibouin. Détermination de lois rhéo-optiques et mesures de champs de contraintes locaux. *Rapport de stage de Master Recherche*, 2011.
- [30] F. Gibouin, S. Jarny, P. Monnet, J.C. Dupré, and V. Valle. Coupled measurements of piv and photoelasticimetry on a thixotropic yield stress fluid flow. *Experiments in Fluids*, 55, 2014.
- [31] R. Ginn and M. Denn. Rotational stability in viscoelastic liquids : theory. *AIChE Journal*, 15 :450–454, 1969.
- [32] J. Goddard. Dissipative materials as models of thixotropy and plasticity. *Journal of non-Newtonian Fluid Mechanics*, 14 :141–160, 1984.
- [33] G. Gomit. *Développement de techniques de mesure de surfaces libres par moyens optiques : Application à l’analyse de l’écoulement généré par un modèle de bateau en bassin des carènes*. PhD thesis, Université de Poitiers, 2013.

- 
- [34] C. Goodeve. A general theory of thixotropy and viscosity. *Transactions of the Faraday Society*, 35 :342–358, 1939.
  - [35] B. Gueslin. *Etude de la sédimentation de particules non-browniennes dans un fluide thixotrope à seuil : la Laponite*. PhD thesis, Université de Paris 6, 2006.
  - [36] B. Gueslin, L. Talini, and Y. Peysson. Sphere settling in an aging yield stress fluid : link between the induced flows and the rheological behavior. *Rheol Acta*, 48 :961–970, 2009.
  - [37] F. Hadri, A. Besq, S. Guillou, and R. Makhloufi. Réduction de la traînée avec une solution de ctac-nasal : Etude du glissement à la paroi en géométrie de couette. *Comptes Rendus Mécanique*, 338 :152–157, 2010.
  - [38] S. Hamidouche. *Etude expérimentale et numérique de l'écoulement autour d'une ride isolée*. PhD thesis, Université de Poitiers, 2013.
  - [39] J. Harris. A continuum theory of time-dependent inelastic flow. *Rheologica Acta*, 6, 1967.
  - [40] N. Huang. *Rhéologie des pâtes granulaires*. PhD thesis, Université de Paris 6, 2006.
  - [41] C. Humbert and J.P. Decruppe. Stress optical coefficient of viscoelastic solutions of ctab and potassium bromide. *Colloid Polymer Science*, 276 :160–168, 1998.
  - [42] F. Ianni. *Complex behavior of colloidal suspensions under shear : dynamics investigation through light scattering techniques*. PhD thesis, Université de Paris 6 and Université La Sapienza, 2007.
  - [43] S. Jarny. *Thixotropie des pâtes cimentaires*. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2004.
  - [44] J. Krause, S. Lisinski, L. Ratke, D. Schaniel, C. Willert, S. Altemeyer, T. Woike, M. Voges, and J. Klinner. Observation of gelation process and particle distribution during sol-gel synthesis by particle image velocimetry. *Journal of Sol-Gel Science Technology*, 45 :73–77, 2008.
  - [45] A. Krishnamurthy and J. Pindera. Study of basic patterns of light scattering in aqueous solution of milling yellow. *Experimental Mechanics*, 1982.
  - [46] M.P. Landry, J.A. Frigaard, and D.M. Martinez. Stability and instability of taylor-couette flows of a bingham fluid. *Journal of Fluid Mechanics*, 560 :321–353, 2006.
  - [47] R.G. Larson. Instabilities in viscoelastic flows. *Rheol Acta*, 31 :213–263, 1992.
  - [48] R. Makhloufi, J.P. Decruppe, and R. Cressely. Rheo-optical investigations on the effect of pentanol on the structure of entangled ctab micelles. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 76 :33–39, 1993.
  - [49] S. Manneville, L. Bécu, P. Grondin, and A. Colin. High-frequency ultrasonic imaging : A spatio-temporal approach of rheology. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical Engineering Aspects*, 270-271 :195–204, 2005.
  - [50] C. Martin, F. Pignon, J.M. Piau, A. Magnin, P. Lindner, and B. Cabane. Dissociation of thixotropic clay gels. *Physical Review E*, 66, 2002.
  - [51] W.J. McAfee and H. Pih. Scattered-light flow-optic relations adaptable to three-dimensional flow birefringence. *Experimental Mechanics*, 24 :385–391, 1974.
  - [52] P. Meakin. A historical introduction to computer models for fractal aggregates. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 15 :97–117, 1999.

- [53] J. Le Meins, P. Moldenaers, and J. Mewis. Suspensions in polymer melts. 1 - effect of particle size on the shear flow behavior. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 41 :6297–6304, 2002.
- [54] J. Mewis. Thixotropy - a general review. *Journal of non-Newtonian Fluid Mechanics*, 6 :1–20, 1979.
- [55] J. Mewis and N.J. Wagner. Thixotropy. *Advances in Colloid and Interface Science*, 147-148 :214–227, 2009.
- [56] P. Mongondry. *Structure et comportement rhéologique des suspensions aqueuses de Laponite en présence de plusieurs additifs*. PhD thesis, Université du Maine, 2003.
- [57] P. Monnet. *Contribution à l'étude des lois de comportement rhéo-optiques de certains fluides biréfringents. Application à un écoulement non viscométrique de solutions d'Alphanogelb*. PhD thesis, Université de Poitiers, 1980.
- [58] S. Montes and J. White. Rheological models of rubber-carbon black compounds : low interaction viscoelastic models and high interaction thixotropic-plastic-viscoelastic models. *Journal of non-Newtonian Fluid Mechanics*, 49 :277–298, 1993.
- [59] Y. Morimoto and Y. Imamoto. Error causes and error reduction in fringe pattern analysis by phase shifting method using fourier transform. *Recent Advances in Experimental Mechanics*, 1994.
- [60] A. Mourchid and P. Levitz. Long-term gelation of laponite aqueous dispersions. *Physical Review E*, 57, 1998.
- [61] Q.D. Nguyen and D.V. Boger. Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers. *Journal of Rheology*, 26 :508–515, 1987.
- [62] T. Nicolai and S. Cocard. Dynamic light-scattering study of aggregating and gelling colloidal disks. *Journal of Colloid and Interface Science*, 244 :51–57, 2001.
- [63] Onera. Daap - aérodynamique appliquée. [www.onera.fr/daap/piv](http://www.onera.fr/daap/piv).
- [64] P. Patel and W. Russel. An experimental study of aqueous suspensions containing dissolved polymer. *Journal of Colloid and Interface Science*, 131, 1989.
- [65] E. Peuvrel-Disdier, S. Manneville, G. Ovarlez, F. Pignon, and S. Rodts. Apport de techniques couplées (diffusion de rayonnements, résonance magnétique, vélocimétrie ultrasonore) à la rhéologie. *Rhéologie*, 21 :36–67, 2012.
- [66] A.M. Philippe, C. Baravian, M. Imperor-Clerc, J. De Silva, E. Paineau, I. Bihannic, P. Davidson, F. Meneau, P. Levitz, and J.L. Michot. Rheo-saxs investigation of shear-thinning behaviour of very anisometric repulsive disc-like clay suspensions. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 23, 2011.
- [67] A.M. Philippe, C. Baravian, M. Jenny, F. Meneau, and J.L. Michot. Taylor-couette instability in anisotropic clay suspensions measured using small-angle x-ray scattering. *Physical Review Letters*, 108, 2012.
- [68] J.M. Piau. Fluides non-newtoniens. *Techniques de l'ingénieur*, A 710-711, 1979.
- [69] F. Pignon, A. Magnin, and J.M. Piau. Thixotropic colloidal suspensions and flow curves with minimum : Identification of flow regimes and rheometric consequences. *Journal of Rheology*, 40(4), 1996.
- [70] F. Pignon, A. Magnin, and J.M. Piau. Butterfly light scattering pattern and rheology of a sheared thixotropic clay gel. *Physical Review Letters*, 79(23), 1997.

- 
- [71] J.T. Pindera and A.R. Krishnamurthy. Characteristic relations of flow birefringence - part 1 : Relations in transmitted radiation. *Experimental Mechanics*, 1978.
  - [72] N. Plouzenec. *Développement de processus d'analyse d'images en photoélasticimétrie pour un feuillet plan obtenu par découpage mécanique ou optique*. PhD thesis, Université de Poitiers, 1996.
  - [73] A. Potanin. On the mechanism of aggregation in the shear flow of suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 145, 1991.
  - [74] A. Potanin, R. De Rooji, D. Van den Ende, and J. Mellema. Microrheological modeling of weakly aggregated dispersions. *The Journal of Chemical Physics*, 102, 1995.
  - [75] J. Pérez-González, J.J López-Durán, B.M. Marín-Santibáñez, and F. Rodriguez-González. Rheo-piv of a yield-stress fluid in a capillary with slip at the wall. *Rheologica Acta*, 51 :937–946, 2012.
  - [76] R.C. Di Prima and H.L. Swinney. Instabilities and transition in flow between concentric rotating cylinders. *Topics in Applied Physics*, 45 :139–180, 1985.
  - [77] J. Pryce-Jones. Thixotropy. *Jocca*, 17 :305–375, 1934.
  - [78] D. Quemada. Vieillissement, rajeunissement et thixotropie dans les fluides complexes. etude de la viscosité au repos et sous cisaillement constants. *Rhéologie*, 6 :1–16, 2004.
  - [79] J.D.F. Ramsay. Colloidal properties of synthetic hectorite clay dispersions. 1 rheology. *Journal of Colloid and Interface Science*, 109(2), 1986.
  - [80] G.W. Rankin, H.N. Sabbah, and P.D. Stein. A streaming birefringence study of the flow at the junction of the aorta and the renal arteries. *Experiments in Fluids*, 7 :73–80, 1989.
  - [81] J.P. Rich, P.S. Doyle, and G.H. McKinley. Magnetorheology in an aging, yield stress matrix fluid. *Rheol Acta*, 51 :579–593, 2012.
  - [82] E. Robin and V. Valle. Phase demodulation from a single fringe pattern based on correlation technique. *Journal of Applied Optics*, 43(22) :4355–4361, 2004.
  - [83] N. Roussel, R. Le Roy, and P. Coussot. Thixotropy modelling at local and macroscopic scales. *Journal of non-Newtonian Fluid Mechanics*, 117 :85–95, 2004.
  - [84] C. Sadron. Sur la biréfringence dynamique des liquides purs. *Le journal de physique et le radium*, 7 :263–269, 1936.
  - [85] G. Schmidt, A.I. Nakatani, and C.C. Han. Rheology and flow birefringence from viscoelastic polymer-clay solutions. *Rheologica Acta*, 41 :45–54, 2002.
  - [86] E.S.G. Shaqfeh, S.J. Muller, and R.G. Larson. The effects of gap width and dilute solution properties on the viscoelastic taylor-couette instability. *Journal of Fluid Mechanics*, 235 :285–317, 1992.
  - [87] T. Spalton, R.A. Tomlinson, A.E. Garrard, and S.B.M. Beck. Streaming birefringence - a step forward. *Applied Mechanics and Materials*, 13-14 :23–28, 2008.
  - [88] J. Stickel, R. Phillips, and R. Powell. A constitutive model for microstructure and total stress in particulate suspensions. *Journal of Rheology*, 50 :379–413, 2006.
  - [89] Y. Surrel. Phase stepping : a new self-calibrating algorithm. *Applied Optics*, 32(19) :3598–3600, 1993.
  - [90] M.M. Swanson and R.L. Green. Colloidal suspension properties of milling yellow dye. *Journal of Colloid and Interface Science*, 29 :161–164, 1969.

- [91] S.L. Tawari, D.L. Koch, and C. Cohen. Electrical double-layer effects on the brownian diffusivity and aggregation rate of laponite clay particles. *Journal of Colloid and Interface Science*, 240 :54–66, 2001.
- [92] G. Taylor. Stability of a viscous liquid contained between two rotating cylinders. *Philosophical Transactions of The Royal Society A*, 223, 1961.
- [93] D.W. Thompson and J.T. Butterworth. The nature of laponite and its aqueous dispersions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 151(1), 1992.
- [94] J. Vermant and M. Solomon. Flow-induced structure in colloidal suspensions. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 17 :187–216, 2005.
- [95] T.S. Vu. *Rhéologie des suspensions non newtoniennes*. PhD thesis, Université Paris-Est, 2010.
- [96] N.J. Wagner. Rheo-optics. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 3 :391–400, 1998.
- [97] R. Weller. Three dimensional photoelasticity using scattered light. *Journal of Applied Physics*, 12(8) :610–616, 1941.
- [98] C. Weng, W.B. Lee, and S. To. Birefringence techniques for the characterization of residual stresses in injection-moulded micro-lens arrays. *Polymer Testing*, 28 :709–714, 2009.
- [99] T. Wunderlich and P.O. Brunn. Ultrasound pulse doppler method as a viscometer for process monitoring. *Flow Measurement and Instrumentation*, 10 :201–205, 1999.
- [100] Z. Zarrouk, S. Jarny, P. Monnet, V. Valle, and J.-C. Dupré. Déterminations de contraintes par mesure de biréfringence - application à la rhéométrie des fluides thixotropes à seuil. *Congrès Francophone de Techniques Laser*, 2008.
- [101] A. Zenina, J.C. Dupré, and A. Lagarde. Separation of isochromatics and isoclinics patterns of a slice optically isolated in a 3d photoelastic medium. *European Journal of Mechanics*, 18 :633–640, 1999.
- [102] A.M. Zhivkov and S.P. Stoylov. Electro-optical characterization of aqueous laponite suspensions. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 209 :315–318, 2002.